

UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Trabajo Fin de Grado

Septiembre de 2014

GRADO EN INGENIERÍA MECÁNICA

Autor:

Francisco de Asís Gutiérrez Flores

Tutores:

Begoña Savoini Cardiel,

Ángel Muñoz Castellanos

(Dpto de Física de UC3M)

Estudio de la variación de la microestructura y propiedades mecánicas de barras de CuCrZr tras ser procesadas termomecánicamente mediante ECAP (Equal-Channel Angular Pressing), prestando especial atención al efecto del proceso de deformación plástica severa en la dureza, y módulo elástico del material.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP



ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS.....	6
RESUMEN.....	7
ABSTRACT	10
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN	12
1.1. CONTEXTO ECONÓMICO-SOCIAL	12
1.2. FUSIÓN NUCLEAR	14
1.3. FUSIÓN DE ISÓTOPOS DE HIDRÓGENO EN LA GENERACIÓN DE ENERGÍA	15
1.4. ITER: INTERNATIONAL THERMONUCLEAR EXPERIMENTAL REACTOR, TOKAMAK.	16
1.5. ESPECIFICACIONES PARA LA PRIMERA PARED DEL REACTOR	18
CAPÍTULO 2: ESTADO DEL ARTE	21
2.1. ESTADO DEL ARTE DEL MATERIAL: CuCrZr	21
2.1.1. INFLUENCIA DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DEL CuCrZr	21
2.2. ESTADO DEL ARTE DE LA TÉCNICA.....	27
2.2.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA (SPD) Y MATERIALES DE GRANO ULTRAFINO (UFG)	27
2.2.2. EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)	31
2.2.2.1. Introducción a ECAP	31
2.2.2.2. Ventajas de ECAP respecto a otras técnicas de SPD	32
2.2.3. DIFERENTES MÉTODOS DE ECAP	33
2.2.3.1. MÉTODO ECAP CONVENCIONAL	33
2.2.3.2. MÉTODOS ALTERNATIVOS DE ECAP	35
2.2.4. PARÁMETROS FUNDAMENTALES Y FACTORES EXPERIMENTALES EN ECAP....	37
2.2.4.1. DEFORMACIÓN	38
2.2.4.2. RUTA	40
2.2.4.3. ÁNGULO DE CAMBIO DE DIRECCIÓN DEL CANAL, Φ	45
2.2.4.4. ÁNGULO DEL ARCO DE CURVATURA EXTERIOR, Ψ	46
2.2.4.5. VELOCIDAD DE EXTRUSIÓN	48



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

2.2.4.6. TEMPERATURA DE EXTRUSIÓN	49
2.2.4.7. CONTRA-PRESIÓN	50
CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	52
3.1. OBTENCIÓN DEL MATERIAL.....	52
3.2. PREPARACIÓN DEL MATERIAL PARA SU ANÁLISIS Y PROCESADO	53
3.2.1. CORTE	53
3.2.2. EMBUTIDO	54
3.2.3. PULIDO.....	56
3.2.4. REVELADO DE LA MICROESTRUCTURA.....	58
3.3. ENSAYO ECAP.....	58
3.4. TRATAMIENTO TÉRMICO	63
3.5. ANÁLISIS DE LA MICROESTRUCTURA	63
3.6. ENSAYOS DE MICRODUREZA	68
3.7. ENSAYOS PARA LA OBTENCIÓN DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD	70
CAPÍTULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS MISMOS	78
4.1. MICROESTRUCTURA	78
4.1.1. AS RECEIVED	78
4.1.2. ECAP.....	89
4.1.3. TRATAMIENTO TÉRMICO: RECOCIDO.....	110
4.2. MICRODUREZA	112
4.3. MÓDULO DE ELASTICIDAD	126
CAP 5: CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO	127
BIBLIOGRAFIA:	130



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP



AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, agradecer a mis tutores Begoña Savoini y Ángel Muñoz la oportunidad que me han dado de descubrir el apasionante mundo de la investigación. Pero sobre todo, gracias de verdad por comprender la complejidad que suponía compaginar este proyecto con la actividad profesional, y por su paciencia para lidiar con ello.

A mis padres, Aurelia y Francisco, por el enorme esfuerzo que han realizado durante todos estos años para hacer posible que este día llegara. Por todo lo que han permitido que ocurriera desde que empecé esta carrera. Gracias a su enorme apoyo moral y económico. Este éxito también les pertenece.

A Sara Ordóñez, por su empatía y apoyo constante durante todos estos años. Mil gracias, de todo corazón.



RESUMEN

El crecimiento constante de la población y el consiguiente incremento de la demanda energética obliga a la búsqueda de nuevas fuentes de producción de energía.

La energía nuclear de fusión es uno de los métodos más prometedores de producción energética. Actualmente se está llevando a cabo un gran proyecto de investigación con el fin de demostrar que esta forma de producción de energía es posible mediante la construcción de un reactor experimental de fusión ITER con el que se espera obtener hasta diez veces la energía consumida en su generación.

Nuestro proyecto se desarrolla dentro del marco de dicha investigación, centrándose en la aleación CuCrZr que conformará, junto con otros materiales, los elementos disipadores de calor de la primera pared del reactor en construcción.

Se ha investigado la influencia en la microestructura y propiedades mecánicas del procesado de este material mediante ECAP. ECAP o Equal-Channel Angular Pressing, es un proceso de deformación plástica severa (SPD) que tiene como objetivo inducir una gran cantidad de deformación en el material sin que sus dimensiones varíen significativamente. Esta deformación introduce una gran cantidad de dislocaciones en la microestructura y reduce el tamaño de grano, con la consiguiente mejora en las propiedades mecánicas del material.

El proceso de deformación se realizó en una matriz a 400°C con un ángulo de canal de 120°. Para observar cómo afectaba al material la variación de algunos parámetros fundamentales, se procesaron tres muestras siguiendo diferentes rutas y variando el número de pasadas:

- Muestra 1: 1 pasada
- Muestra 2: 4 pasadas, ruta BC
- Muestra 3: 4 pasadas, ruta C

Tras haber llevado a cabo una preparación del material (corte, embutido, pulido y revelado), se han evaluado los cambios en la microestructura y algunas propiedades mecánicas de las muestras procesadas respecto a la muestra “as-received”.

En cuanto a la microestructura, se estudió con la ayuda de un microscopio óptico y un microscopio de barrido electrónico (SEM). En las barras tal y como fueron recibidas de fábrica, se ha observado una estructura de grano equiaxial en el plano transversal (X), y más alargada en los planos longitudinal (Z) y de flujo (Y). Se ha podido apreciar la presencia de maclas en todos los planos de la muestra antes de ser sometida a ECAP, como resultado de la extrusión en el proceso de fabricación. Se



observó también la presencia de tres tipos de precipitados (Cr, Zr, y CrZr) en los tres planos de la muestra repartidos de forma uniforme.

Tras el procesado mediante ECAP de las tres muestras, se ha observado en todas un reordenamiento del grano. Ya en la muestra procesada una sola pasada, la microestructura se modifica y puede apreciarse una deformación de la frontera de grano, la formación y crecimiento de maclas, además de deformación en el interior del grano, y bandas de deslizamiento en la misma dirección.

A medida que aumenta el número de pasadas aumenta el número y tamaño de las bandas de deslizamiento. En la muestra procesada según la ruta BC pueden apreciarse bandas en dos direcciones diferentes. Se ha observado además que dichas bandas se componen de granos submicrométricos. En la muestra deformada mediante la ruta C estas bandas de deslizamiento son de gran tamaño y mantienen un área de afectación importante en la que el grano presenta una forma muy alargada.

En cuanto a los precipitados presentan siempre una forma circular en el plano transversal, y una forma alargada (Cr y CrZr) y circular (Zr) en el resto de planos. Tras su análisis en el SEM, se concluye que el procesado mediante ECAP al que hemos sometido las muestras no genera las tensiones suficientes para que los precipitados se fracturen, aumentando así en número, y disminuyendo en tamaño, con las consiguientes mejoras en las propiedades mecánicas que esto implica.

La dureza del material se midió mediante el ensayo Vickers y se observaron incrementos del 8% para la muestra extruida una sola vez, 15% para la muestra procesada mediante la ruta C y 18% para la procesada mediante la ruta BC respecto de los medidos para la muestra as-received. La deformación plástica severa inducida en el material genera una gran cantidad de defectos como dislocaciones y maclas que tienen un efecto en el incremento de la dureza del material ya desde la primera pasada. La interacción de las bandas de deslizamiento en dos direcciones, causadas por los dos planos de cizalla que actúan sobre la muestra en sus cuatro pasadas por la ruta BC, conllevan que se endurezca algo más que la ruta C, en la que sólo hay un plano de corte presente debido a la rotación de 180° de la muestra a cada pasada.

Se estudió también el efecto del procesado mediante ECAP en el módulo elástico y en el de cizalladura. Aunque no se encontró una variación significativa de los valores, se observó un ligero aumento del módulo elástico en la muestra procesada mediante una sola pasada, debido probablemente a la segregación de alguno de sus precipitados durante el proceso de deformación.

Por último se ha llevado a cabo un tratamiento térmico de recocido a 600°C durante 1h con el fin de evaluar si los precipitados se disolvían en la microestructura. Tras el tratamiento se observó aún la presencia de precipitados y se redujo la dureza



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

del material más de un 60% por efecto de la recuperación y recristalización que tiene lugar durante el tratamiento.



ABSTRACT

The constant growing of population and the subsequent increase of the energy requirement is compelling to seek new ways to produce energy.

Nuclear fusion energy is one of the most prospective energy production methods. Nowadays, an international project (ITER) is taking place in order to prove that this energy production method is possible. In the ITER fusion reactor is expected to produce up to ten times the energy consumed in its operation.

Our project is developed within this framework, focusing on the CuCrZr alloy that will be part of the heat dissipative elements of the first wall of the reactor.

Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) is a severe plastic deformation process that highly deforms the material with no significant variation in its dimensions. This process originates changes within the microstructure reducing the size of the grain and improving the mechanical properties of the material.

The deformation process was carried out at 400°C in a die with an internal angle of 120°. To analyze the effect of the ECAP process three samples were processed by different routes:

- Sample 1: 1 pass
- Sample 2: 4 passes, route BC
- Sample 3: 4 passes, route C

The microstructure was examined using an Optical and a Scanning Electron Microscopes. The microstructure of the as-received samples consisted of equiaxial grains in the transverse plane and elongated grains in the other planes. Twins were also observed. Precipitates of Cr, Zr and CrZr, homogeneously distributed in the copper matrix were identified.

The microstructure of the ECAP processed samples showed the formation of slip bands. These bands were formed by grains with a submicrometer size. The sample 2 (4 passes BC) presented the highest density of slip bands. No significant changes in the morphology and distribution of the precipitates were observed in the ECAP processed samples.

The mechanical properties were evaluated from microhardness and Young's modulus measurements. An increment in the Vickers microhardness of 8%, 15% and 18% was observed for the ECAP processed samples 1(1 pass), 2 (4 passes C) and 3 (4 passes BC), respectively.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

The effect of ECAP process on the elastic modulus of CuCrZr was also investigated. In general no remarkable changes were observed both in the Young and shear modulus. It would mean that the ECAP process does not cause significant variations in the precipitates concentration, so the matrix composition does not change. Only a slight increase was noticed for the sample 1 what was associated to small change in the precipitates concentration.

Lastly, a thermal treatment consisted of an annealing at 600°C during 1 hour followed by a quenching was carried out on some samples. The goal was to check the effect of dissolving part of the precipitates on the mechanical behaviour. In the ECAP processed samples, the thermal treatment gave place to a reduction of the microhardness of more than 60%. It was due to the decrease in precipitates concentration and to the effect of recovery and recrystallization that took place along the treatment.



CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.1. CONTEXTO ECONÓMICO-SOCIAL

En un mundo en constante expansión demográfica y tecnológica, el consumo energético no hace más que ir en aumento. En los últimos años, más del 80% (Figura 1.1) de la energía que consumimos proviene de combustibles fósiles.

Con previsiones de un incremento de un 30% en la población mundial para 2050 (Tabla 1.1), y un futuro nada prometedor para estas fuentes de energía, asegurar el abastecimiento se hace cada vez más complejo.

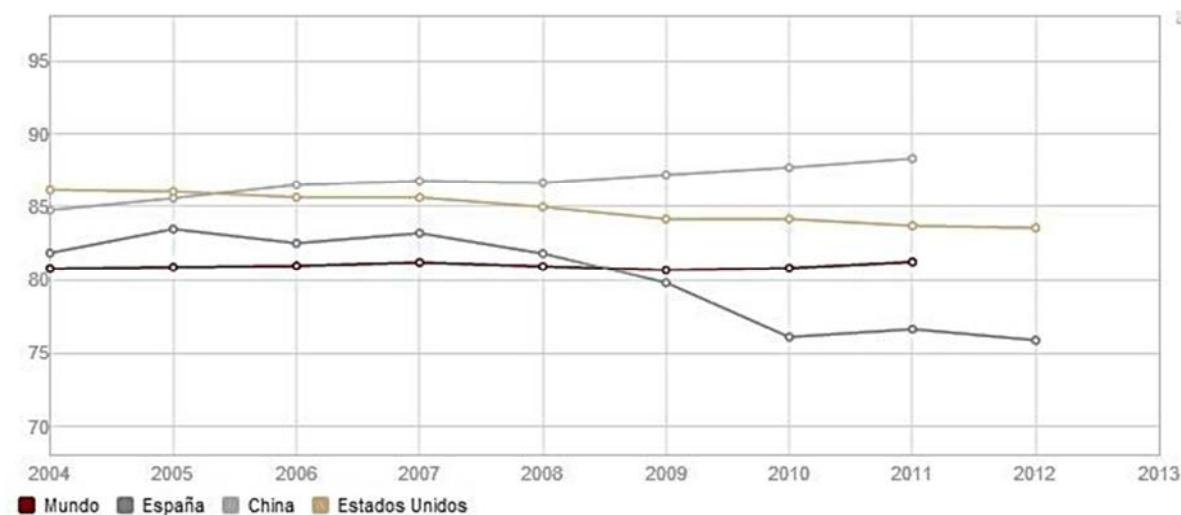


Figura 1.1: Muestra el consumo de energía proveniente de combustible fósil (% del total) por año para España, China, EEUU, y el mundo [1].



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Major area, region, country or area	Total population, both sexes combined, as of 1 July (thousands)						
	2010	2015	2050	2100	EVOL 2050 vs 2015	PESO 2015	PESO 2050
WORLD	6 916 183	7 324 782	9 550 945	10 853 849	30%	100%	100%
Sub-Saharan Africa	831 464	949 175	2 074 446	3 815 646	119%	13%	22%
AFRICA	1 031 084	1 166 239	2 393 175	4 184 577	105%	16%	25%
Eastern Africa	342 595	394 754	869 221	1 557 309	120%	5%	9%
Middle Africa	124 978	143 293	316 111	546 195	121%	2%	3%
Northern Africa	199 620	217 064	318 729	368 932	47%	3%	3%
Southern Africa	58 803	61 346	74 562	76 762	22%	1%	1%
Western Africa	305 088	349 783	814 552	1 635 380	133%	5%	9%
ASIA	4 165 440	4 384 844	5 164 061	4 711 514	18%	60%	54%
Eastern Asia	1 593 571	1 637 559	1 605 341	1 261 446	-2%	22%	17%
South-Central Asia	1 743 101	1 859 787	2 398 180	2 291 182	29%	25%	25%
Central Asia	61 694	66 172	86 154	87 733	30%	1%	1%
Southern Asia	1 681 407	1 793 616	2 312 026	2 203 449	29%	24%	24%
South-Eastern Asia	597 097	633 031	787 535	758 021	24%	9%	8%
Western Asia	231 671	254 467	373 006	400 865	47%	3%	4%
EUROPE	740 308	743 123	709 067	638 816	-5%	10%	7%
Eastern Europe	296 183	292 501	246 523	198 674	-16%	4%	3%
Northern Europe	98 795	101 477	115 768	123 853	14%	1%	1%
Southern Europe	154 712	156 157	150 889	128 527	-3%	2%	2%
<i>Spain</i>	46 182	47 199	48 224	41 662	2%	1%	1%
Western Europe	190 618	192 988	195 887	187 761	2%	3%	2%
LATIN AMERICA AND THE CARIBB	596 191	630 089	781 566	736 228	24%	9%	8%
Caribbean	41 625	43 101	47 647	41 131	11%	1%	0%
Central America	160 546	171 934	228 833	227 613	33%	2%	2%
South America	394 021	415 053	505 086	467 484	22%	6%	5%
NORTHERN AMERICA	346 501	361 128	446 201	513 065	24%	5%	5%
OCEANIA	36 659	39 359	56 874	69 648	45%	1%	1%

Tabla 1.1: Creación propia tras el análisis de datos extraídos de la página oficial de las Naciones Unidas (Total Population Prediction) [2]. Nota: población*1000.

El progresivo agotamiento de fuentes de energía como el petróleo y el carbón, el incremento de sus coste de extracción y el cambio climático, obligan a buscar formas alternativas de generación de energía para satisfacer una demanda cada vez mayor.

La apuesta por las energías renovables crece cada año y su aportación al sistema eléctrico tiene día a día un peso mayor. Aun así la dificultad de estas fuentes para absorber picos de demanda e introducirse en mayor proporción en el sistema eléctrico, sigue siendo en la mayoría de los casos compleja por las fluctuaciones en la frecuencia de demanda y porque no ofrecen una disponibilidad de energía asegurada en cualquier momento (su capacidad de reacción es poca y depende a menudo de la meteorología).



Una de las fuentes de generación más rentables y eficientes en términos de combustible y energía consumida en su propia generación es la energía nuclear proveniente de la fisión. En cambio, ésta ofrece problemas de gestión de residuos y graves consecuencias en caso de accidente, además de no gozar del apoyo de gran parte de la opinión pública, lo que dificulta tanto la inversión pública como el emplazamiento y gestión de este tipo de centrales.

Es por esto que a día de hoy, la fusión parece desmarcarse como una de las formas alternativas de generación de energía con más proyección. Aún en desarrollo, es actualmente objeto de una investigación creciente con el propósito de conseguir los avances necesarios para su futura implantación de forma segura, rentable, y masiva.

1.2. FUSIÓN NUCLEAR

Este proceso tiene lugar en el momento en que dos átomos se unen para dar lugar a un átomo más pesado.

Para que la fusión pueda ocurrir es necesario aproximar ambos átomos lo suficiente. Al estar sus núcleos cargados positivamente, la fuerza electrostática que se ejerce sobre ellos es de repulsión, por lo los dos átomos tenderán a alejarse; esta fuerza se incrementa conforme decrece la distancia entre ellos. Una vez que se aproximan lo necesario para que la fuerza dominante sea la nuclear fuerte, los núcleos de dichos átomos se fusionan, lo que libera o absorbe una enorme cantidad de energía. Esta energía será liberada siempre y cuando el átomo formado tenga un número atómico menor que el hierro. En caso contrario la reacción absorberá energía. La cantidad de energía que se libera es tal que es capaz de hacer que la materia pase a un estado de plasma [3-5].

La masa del átomo resultante de la fusión de dos átomos, no es igual a la suma de la masa de los dos anteriores. Esta diferencia de masa (Δm) es la que se transforma en una enorme cantidad de energía (E) tal y como expresa la Ley de Einstein [3,4].

$$E = \Delta m * c^2 \quad (1), \text{ donde "c" es la velocidad de la luz } \approx 3 * 10^8 \frac{m}{s}$$

Este fenómeno tiene lugar constantemente en las estrellas, donde los núcleos de hidrógeno (H-H) dan lugar a helio liberando energía en el proceso.

1.3. FUSIÓN DE ISÓTOPOS DE HIDRÓGENO EN LA GENERACIÓN DE ENERGÍA

Actualmente, el proceso de fusión más eficiente (en cuanto a obtención de energía a baja temperatura) reproducible en laboratorio consiste en la fusión de dos isótopos de hidrógeno [3,4]:

- El deuterio (D): Su símbolo es ^2H , también llamado hidrógeno pesado. Es un isótopo estable del hidrógeno formado por un protón y un neutrón. Abunda en la naturaleza a razón de 1 átomo por cada 6500 de hidrógeno [5].
- El tritio (T): es también otro isótopo del hidrógeno cuyo símbolo es ^3H , y se compone de un protón y dos neutrones.

En la fusión de estos dos isótopos se producen temperaturas altísimas que hacen que la materia se convierta en un gas muy caliente y cargado eléctricamente denominado plasma. El resultado de esta fusión es una gran cantidad de energía, un neutrón, y un núcleo de helio [3][5].

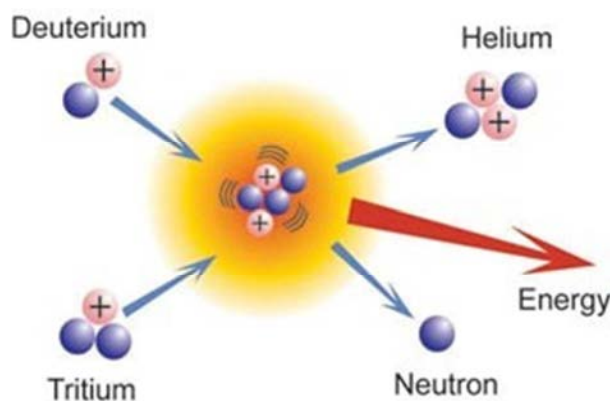
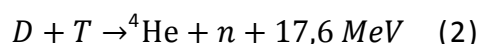


Figura 1.2: Reacción producida en la fusión del Deuterio y Tritio [3]

La fusión nuclear aplicada a la generación de energía presenta numerosas ventajas respecto a la fisión de núcleos pesados de uranio y plutonio a través de la cual se obtiene la energía hoy en día en las centrales nucleares. Estas ventajas son principalmente:

- 1) Abastecimiento: los isótopos de hidrógeno abundan en la naturaleza y son fáciles de obtener. Además, no son radiactivos.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

2) Residuos: El residuo generado es helio, el cual no es ni nocivo ni radiactivo. El riesgo de activación de los materiales de construcción del reactor se inhibe empleando materiales de baja activación en su construcción.

3) Riesgo de accidente o fallo de operación: en caso de que ocurriera cualquier problema durante el proceso, la reacción se pararía con tan sólo cortar el combustible.

La enorme cantidad de energía necesaria para desencadenar y controlar la fusión se consigue por medio de una de estas dos técnicas: confinamiento inercial, o confinamiento magnético.

El confinamiento inercial consiste en comprimir esferas de combustible (deuterio y tritio) mediante haces de rayos láser o partículas de iones muy acelerados. De este modo conseguimos densidades muy altas (átomos muy próximos entre sí) de manera que se vence la fuerza electrostática de repulsión [4].

El confinamiento magnético, la tecnología más desarrollada que se estudia principalmente en ITER, consiste en controlar la reacción y contener el plasma mediante campos magnéticos en los que ocurrirán las reacciones de fusión animadas por las altísimas temperaturas; aproximadamente 150×10^6 °C. El funcionamiento de este tipo de confinamiento se explicará con más detalle en el siguiente apartado [3,4].

1.4. ITER: INTERNATIONAL THERMONUCLEAR EXPERIMENTAL REACTOR, TOKAMAK.

ITER es una agrupación que se formó en 1986 para desarrollar un proyecto de enorme envergadura con el objetivo de demostrar al mundo que es posible generar energía a gran escala mediante la fusión. Su objetivo es conseguir generar en su reactor experimental hasta 10 veces la energía consumida durante el proceso [6].

A día de hoy más de 800 personas trabajan en este proyecto enfocado a la construcción del reactor experimental ITER, para posteriormente llevar esos avances a DEMO, el primer prototipo de reactor comercial de fusión nuclear con ubicación en Caradache, France [6].

Hasta ahora parece que la geometría más adecuada para solucionar los inconvenientes de altísima energía y temperatura en el desencadenamiento y control del proceso es la llamada geometría TOKAMAK (TOroidal KAMERA MAGnetiK) [3,5,7].

En la siguiente imagen, figura 1.3, podemos apreciar esta geometría así como identificar algunas de las partes principales que componen el reactor y que son claves para su funcionamiento.

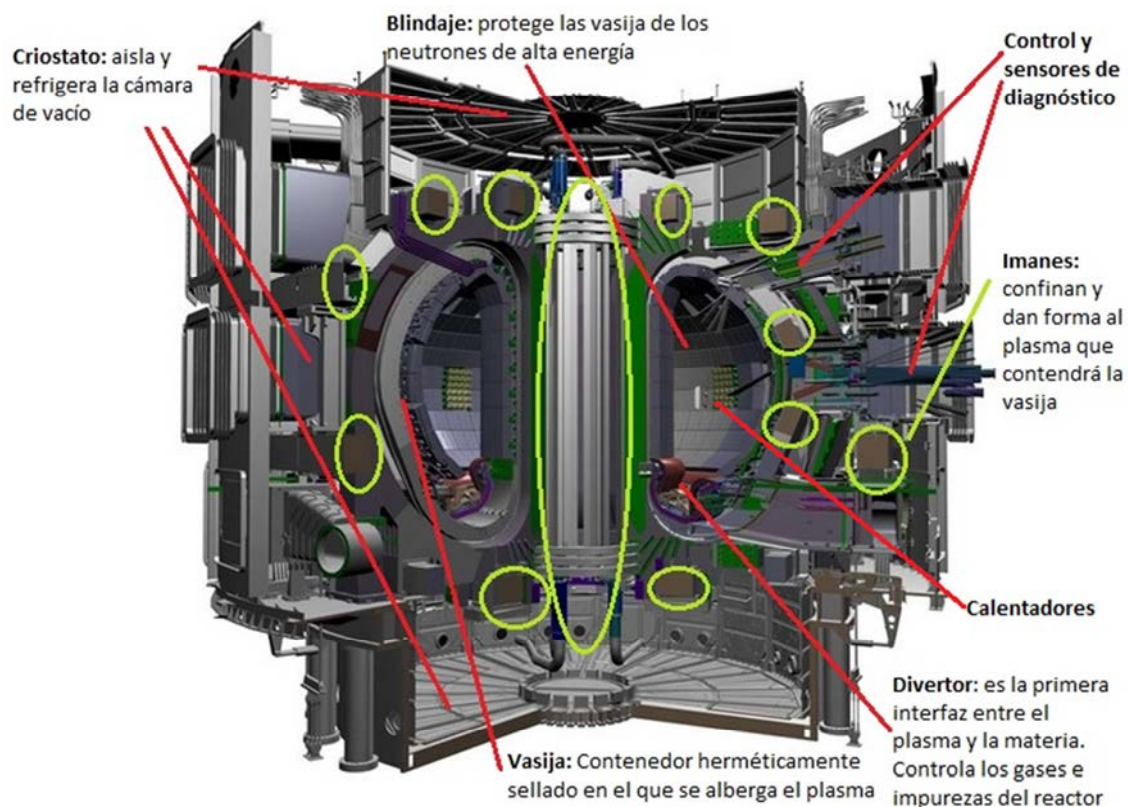


Figura 1.3: Imagen manipulada del diseño del Tokamak más grande del mundo para ITER [7], en la que podemos identificar las partes más importantes del mismo.

Esta vasija al vacío en forma de Doughnut consigue, gracias a un campo toroidal y uno poloidal generados por bobinas, más un campo vertical generado por un transformador, generar un campo magnético resultante que permite confinar el plasma, que actúa a su vez como secundario de un transformador por el que se inducirá la corriente que elevará la temperatura del mismo [5-7]. El calentamiento del plasma se efectúa principal e inicialmente gracias a potentes campos magnéticos que provocan mediante inducción corrientes de altísima frecuencia que excitan los átomos (calentamiento ohmico) haciéndolos colisionar y fusionar [3].

Con el incremento de la temperatura del plasma, baja su resistencia eléctrica, y por tanto el calor producido, por lo que son necesarias fuentes externas de calor auxiliar. Los métodos contemplados son la inyección de haces de átomos neutros y ondas electromagnéticas de alta frecuencia [3].

Los campos magnéticos que confinarán el plasma harán que quede sostenido en forma de anillo o toroide en lo que podría llamarse un recipiente de líneas magnéticas que evitará que toque cualquier tipo de material de la vasija al vacío del



reactor [3,5]. Diez toneladas de imanes harán este trabajo produciendo un campo magnético 200000 veces más grande que el de la Tierra [7].

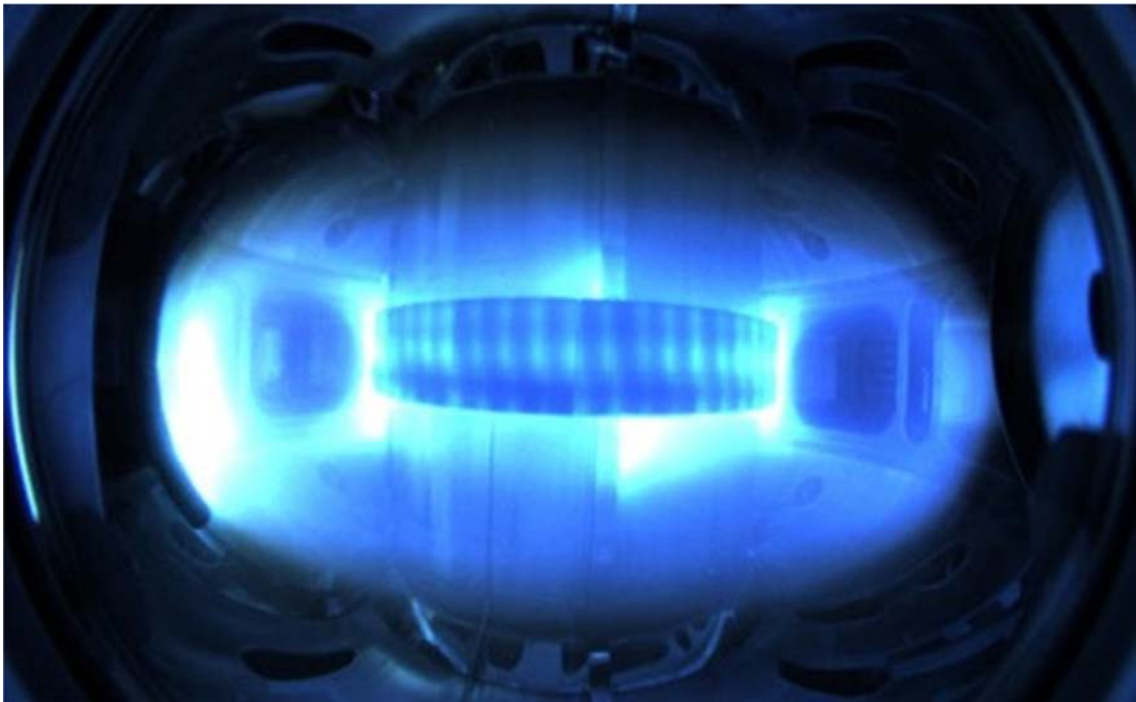


Figura 1.4: Plasma contenido en el reactor Tokamak KSTAR. Lo que apreciamos en esta foto son las regiones frías que rodean el plasma, pues su altísima temperatura radia en un espectro no visible [3]

1.5. ESPECIFICACIONES PARA LA PRIMERA PARED DEL REACTOR

La exigencia térmica y mecánica que implican estas condiciones de operación, hace que muy pocos materiales sean aptos para conformar la primera pared del reactor.

Esta primera pared se compondrá de diversas capas. La primera será de wolframio (W), seguida de un blindaje de berilio (Be) que estará en contacto con la aleación de cobre-cromo-circonio (CuCrZr) objeto del estudio de este proyecto. El cuarto material presente en esta pared será un acero inoxidable (SS316L). Estos materiales se unirán mediante prensado hidrostático a alta temperatura (Hot Isostatic Pressing) [10]. Las imágenes a continuación, figuras 1.5 y 1.6, ilustran la disposición de los materiales que componen esta primera pared.

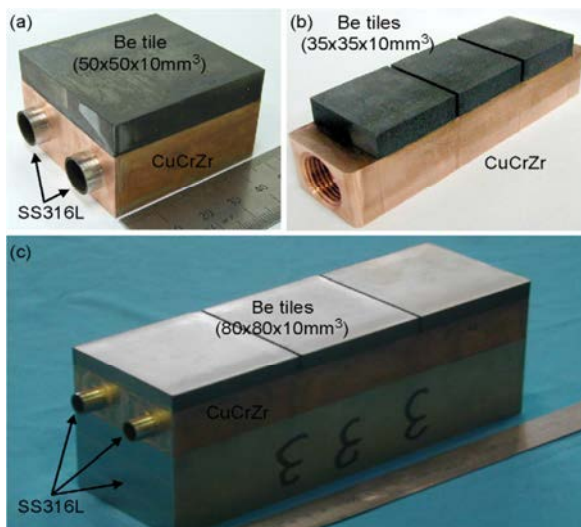


Figura 1.5: pieza prototipo de Be, CuCrZr y SS fabricada como modelo para la primera pared del ITER [10]

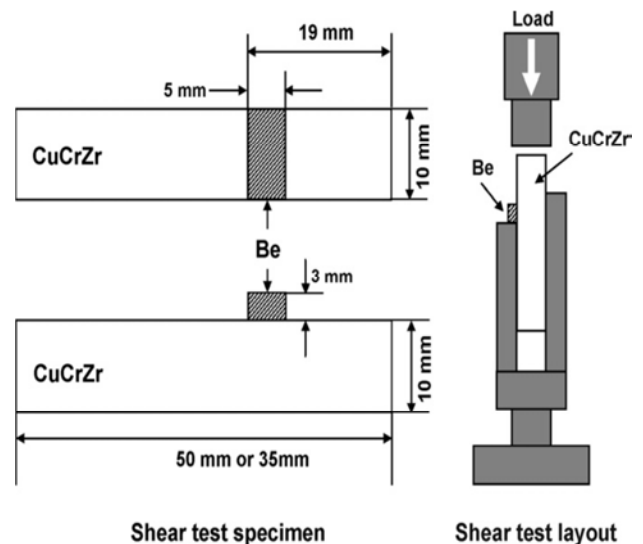


Figura 1.6: Proceso de adhesión de las partes que componen la primera pared mediante HIP (Hot Isostatic Pressure) [10]

El cobre es un material de altísima conductividad térmica, y la aleación CuCrZr, endurecida por precipitación, ha demostrado presentar la resistencia mecánica necesaria, sin comprometer la conductividad térmica. Es por esto que desde un primer momento se le ha considerado el mejor candidato como disipador de calor de la primera pared del reactor [8,9].

La aleación de CuCrZr en la que se centra este proyecto, debe cumplir ciertas especificaciones en sus propiedades mecánicas para que pueda ser utilizada en el reactor. De acuerdo a ITER, este material debe tener, entre otras, las siguientes propiedades [8]:

- La resistencia mecánica del CuCrZr debe ser mayor de 280 MPa a temperatura ambiente (25°C) y 220 MPa a 250 °C.
- Su límite elástico debe también superar los 175 MPa a temperatura ambiente y los 150 MPa a 250 °C.
- Resistencia al daño por irradiación.

Se ha establecido que para cumplir estos requisitos la concentración óptima de elementos debe ser:

- Porcentaje de peso en cromo: 0,6-0,9
- Porcentaje de peso en circonio: 0,07-0,15
- Porcentaje de impurezas máximo: 0,2



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

La aleación CuCrZr es muy sensible a los tratamientos térmicos, tanto los inducidos para mejorar sus propiedades mecánicas como los sufridos durante el proceso de fabricación y unión de las capas de esta primera pared del reactor. Por ello, es necesario prestar especial atención a que sus propiedades mecánicas no se vean comprometidas durante el proceso y el resultado final cumpla las características necesarias para esta aplicación [9,10].

ECAP, o Equal-Channel Angular Pressing es una técnica de procesado termodinámico que permite conseguir a baja temperatura una gran deformación en el material, produciendo una gran cantidad de dislocaciones y granos de tamaño submicrométrico, lo que confiere al material una mejora de sus propiedades mecánicas.

Este proyecto estudiará cómo varían algunas de las propiedades de la aleación CuCrZr tras ser procesada mediante ECAP.



CAPÍTULO 2: ESTADO DEL ARTE

2.1. ESTADO DEL ARTE DEL MATERIAL: CuCrZr

La aleación de cobre (Cu), cromo (Cr) y circonio (Zr) – CuCrZr – se ha presentado desde un primer momento como la candidata predilecta para su uso en los elementos disipadores de calor del divertor y la primera pared del reactor de fusión experimental ITER. Las características que la avalan son principalmente [8,9,11]:

- Altísima conductividad térmica
- Alta resistencia mecánica
- Ductilidad
- Resistencia a la radiación
- Disponibilidad comercial
- Coste

El proceso de endurecimiento por precipitación que se lleva a cabo para aumentar la resistencia del material se compone de varias fases.

En primer lugar los elementos de la aleación se disuelven. Generalmente esto se realiza manteniendo el material a alta temperatura, unos 980 – 1000 °C, durante aproximadamente 0,5 – 1h [8,11].

Posteriormente se consigue una solución supersaturada realizando un enfriamiento rápido (water quenching) del material.

Por último se procede a envejecer la aleación con el objetivo de reducir el tamaño de los precipitados y por tanto incrementar la dureza y resistencia del material. Este proceso se lleva a cabo durante unas 2 – 4 horas a temperaturas entre 400-620 °C.

2.1.1. INFLUENCIA DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DEL CuCrZr

Límite elástico, resistencia y dureza

Existen estudios que demuestran que la resistencia y límite elástico del material alcanzan su valor máximo con un envejecimiento a 440 °C independientemente de la



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

velocidad de enfriamiento [8,11]. En las siguientes gráficas (figuras 2.1 y 2.2) puede verse como el límite elástico y la resistencia mecánica a la tracción varían en función de la temperatura de envejecimiento y su enfriamiento posterior.

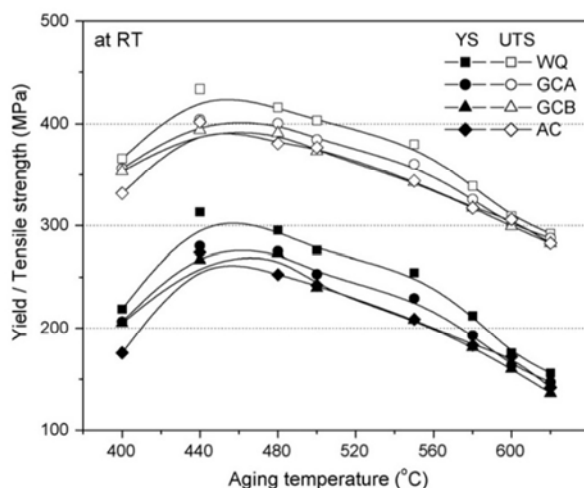


Figura 2.1: Gráfica que muestra la variación del límite elástico y resistencia a la tracción de la aleación CuCrZr a temperatura ambiente en función de la temperatura de envejecimiento y la velocidad de enfriamiento [8]

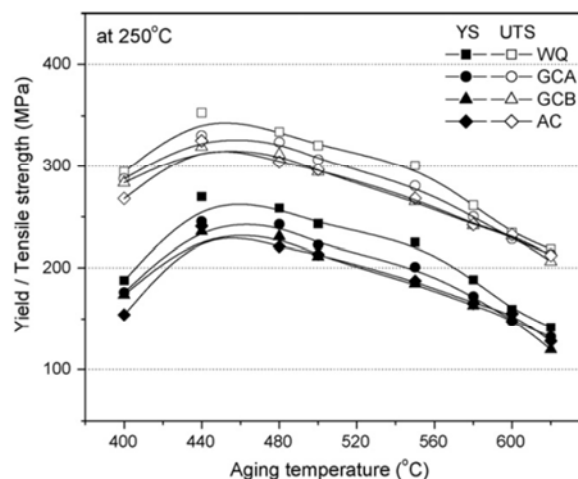


Figura 2.2: Gráfica que muestra la variación del límite elástico y resistencia a la tracción de la aleación CuCrZr a 250 °C en función de la temperatura de envejecimiento y la velocidad de enfriamiento [8]

Nota:

WQ - Water Quenching: enfriamiento a 458 °C/min

GCA - Gas Cooling A: enfriamiento a 207 °C/min

GCB - Gas Cooling B: enfriamiento a 89 °C/min

AC - Air Cooling: enfriamiento a 36 °C/min

Como podemos ver en las gráficas, a una misma temperatura de envejecimiento, será la velocidad de enfriamiento la que determine la resistencia del material.

También podemos apreciar que la resistencia y el límite elástico del material son aproximadamente un 20% superiores a temperatura ambiente que a 250 °C.

Como ocurre con la mayor parte de los metales y sus aleaciones, también para ésta, el límite elástico, la resistencia, y la dureza están correlacionadas [9] de forma que estas propiedades se incrementan o reducen conjuntamente.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Podemos ver en la figura 2.3 a continuación como la temperatura de envejecimiento y el tipo de enfriamiento (rápido o lento) afecta a la dureza del material:

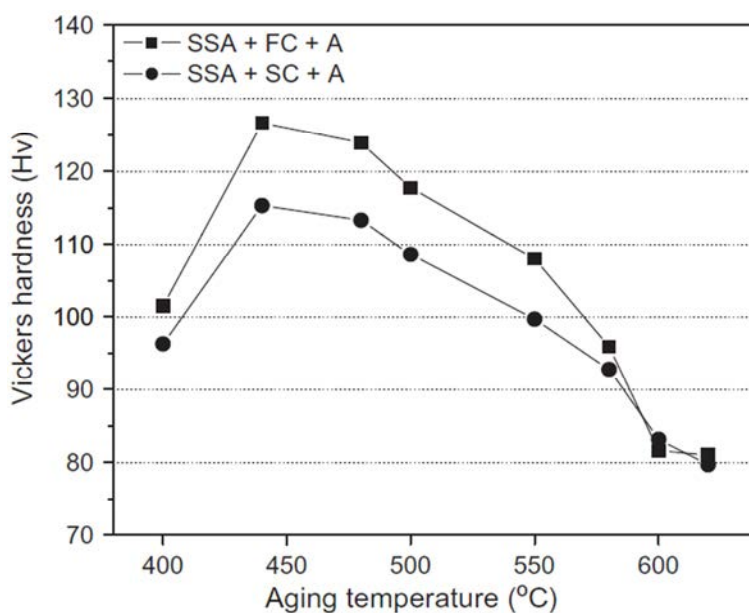


Figura 2.3: Gráfica que muestra la variación de la dureza Vickers de la aleación CuCrZr a temperatura ambiente en función de la temperatura de envejecimiento y la velocidad de enfriamiento [9]

Nota:

-> SSA+FC+A=Single Step Solution Annealing (980

°C, 0,5h) + Fast Cooling (4589-477 °C/min) + Aging

-> SSA+SC+A= SSA (980 °C, 0,5h) + Slow Cooling + Aging

De la gráfica anterior, figura 2.3, se puede concluir que al igual que ocurría con la resistencia y el límite elástico, el valor máximo de la dureza se alcanza para una temperatura de envejecimiento de 440 °C. A mayor temperatura la dureza va decreciendo y también la diferencia va siendo menor conforme la temperatura sigue aumentando. Del mismo modo, un enfriamiento más rápido tiene un efecto positivo en la mejora de esta propiedad [9].

En la siguiente gráfica, figura 2.4, puede verse la linealidad de la relación entre límite elástico, resistencia mecánica y dureza de nuestra aleación.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

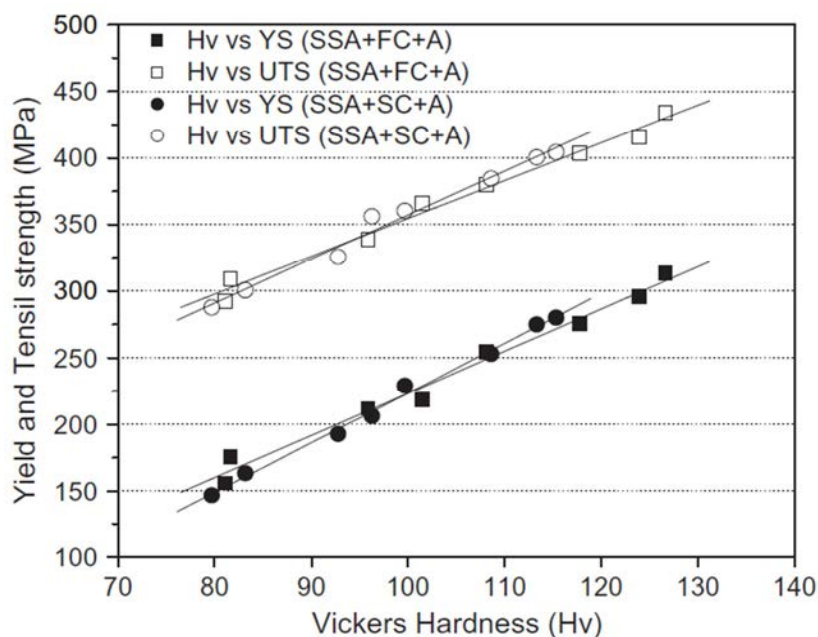


Figura 2.4: Gráfica que muestra la relación del límite elástico y la resistencia a la tracción con la dureza para la aleación de CuCrZr sometida a diferentes temperaturas de envejecimiento y velocidad de enfriamiento [9]

Un enfriamiento lento tras todo este proceso térmico, como el que puede sufrir el material durante su ciclo de fabricación (soldadura y prensado isostático en caliente) y servicio en ITER, aumentará el tamaño de grano y de los precipitados, lo que irá en detrimento de sus propiedades mecánicas [11].

El enfriamiento rápido de componentes, durante su fabricación, no es a menudo posible, lo que obliga a usar métodos de enfriamiento más rápidos como el enfriamiento mediante gases (gas cooling). [8,11]

Microestructura y tamaño de grano

Conseguir una velocidad de enfriamiento adecuada es crucial para que el ensamblado del berilio al CuCrZr pueda llevarse a cabo a altas temperaturas (mayor temperatura, mejor resultado en términos de resistencia a la cizalladura entre ambas piezas), manteniendo la resistencia del CuCrZr por encima de los requisitos detallados anteriormente. Dado que el tamaño y forma de las piezas puede resultar una complicación para llevar a cabo determinados métodos de enfriamiento, el enfriamiento por gas (gas cooling) es uno de los procedimientos preferentes que se utilizarán para esta aplicación [8,10].

El tamaño de grano es una característica a tener muy en cuenta dado que está íntimamente relacionado con la dureza y resistencia del material, que se incrementan

conforme disminuye el tamaño de éste. Asimismo, un mayor tamaño de los precipitados también irá en detrimento de la resistencia del material.

En la siguiente figura, Figura 2.5, podemos ver el efecto de la variación de la temperatura de envejecimiento y velocidad de enfriamiento en la microestructura de la aleación CuCrZr.

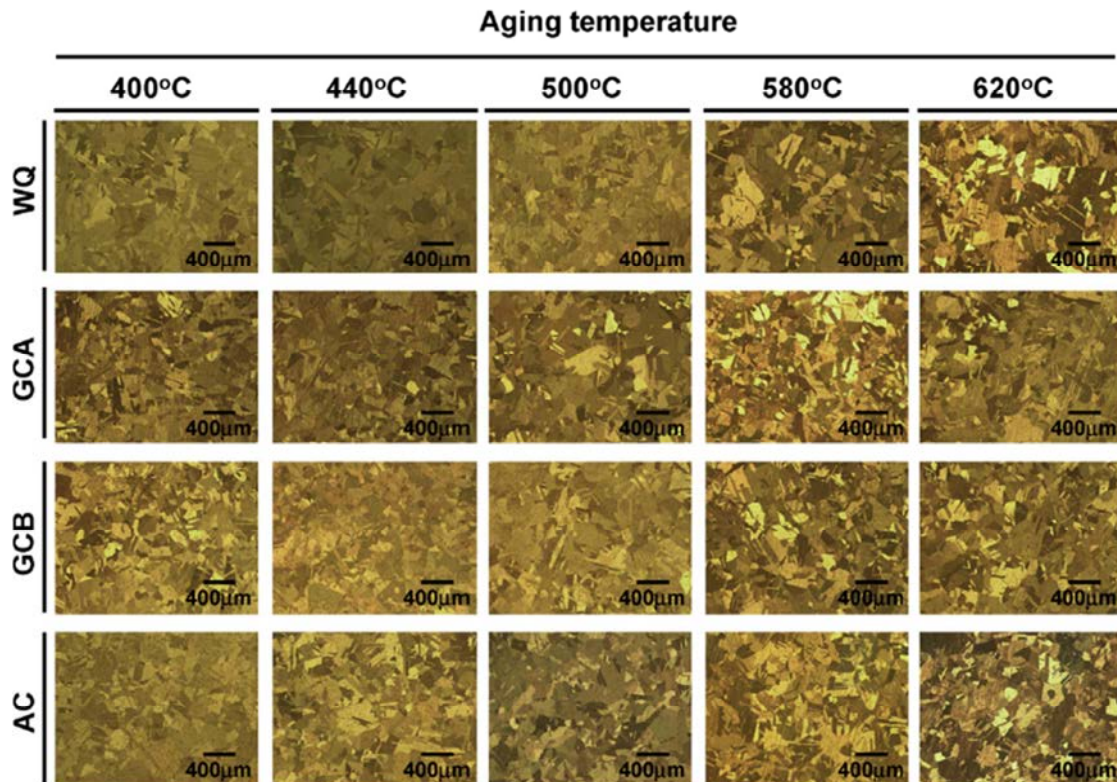


Figura 2.5: Imágenes de microscopio óptico de la aleación CuCrZr enfriada por diferentes métodos tras un recocido de media hora a 980 °C y posterior envejecimiento de 2h a 400-620 °C [8]

Como vemos no se aprecian cambios importantes en la microestructura a pesar de los diferentes tratamientos térmicos llevados a cabo.

El inconveniente de nuestra aleación es que presenta granos de morfología y tamaño muy dispar, lo que hace muy complicado correlacionar el tamaño del grano con las propiedades mecánicas que presenta.

El 'Korean Atomic Energy Research Institute' también llevó a cabo un estudio para ITER con el fin de comprobar cómo el tamaño del grano se veía afectado por la temperatura de envejecimiento y el método (y por tanto velocidad) de enfriamiento. La Figura 2.6, muestra a continuación los resultados de dicho estudio:

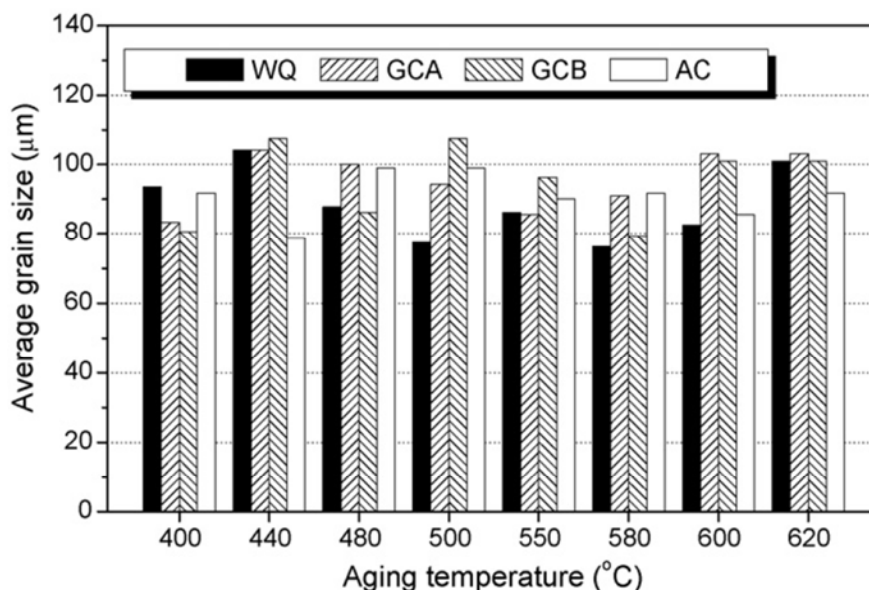


Figura 2.6: Tamaño de grano de la aleación CuCrZr para diferentes temperaturas de envejecimiento y velocidades de enfriamiento [8]

Como podemos observar, no se aprecia una dependencia clara entre el tamaño de grano y la temperatura de envejecimiento o método/velocidad de enfriamiento. La conclusión a la que llegó este estudio es que el tamaño de grano medio de las aleaciones de CuCrZr tratadas térmicamente estaba comprendido entre 76 - 108μm [8].

Precipitados

El número y tamaño de los precipitados es otro de los factores claves en la dureza y resistencia de esta aleación, ya que dificultan el deslizamiento de las dislocaciones. Un menor tamaño de los precipitados dentro del material, favorecerá la resistencia mecánica del mismo [9].

El tamaño de estos precipitados se ve reducido cuando se incrementa la velocidad de enfriamiento, lo cual demuestra una vez más que un enfriamiento rápido mejora las propiedades mecánicas [9].

Daño por irradiación

Lo que se conoce como daño por irradiación es también otro factor a tener en cuenta dada la inestabilidad plástica que produce en el material.

No existen actualmente muchos estudios que aborden este tema pero si hay algunas fuentes [11] que apuntan que para el cobre y gran parte de sus aleaciones, la irradiación con neutrones a bajas temperaturas (<250 °C) produce un endurecimiento



del material y una disminución de su resistencia a la elongación, y por tanto, de su ductilidad. Una buena continuación de este trabajo de investigación podría ser el estudio de cómo esta irradiación afectaría a la fatiga del material así como a su tenacidad a la fractura [11].

2.2. ESTADO DEL ARTE DE LA TÉCNICA

2.2.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA (SPD) Y MATERIALES DE GRANO ULTRAFINO (UFG)

Aunque son muchos los factores que determinan las propiedades mecánicas de los materiales el tamaño de grano tiene, por lo general, una importancia extraordinaria en dichas propiedades.

Es por ello que en los últimos años, el procesamiento mecánico de materiales para conseguir refinar el tamaño de grano hasta valores por debajo de 1 μm se ha convertido en una de las áreas de investigación más interesantes. A estos materiales se les llama materiales de grano ultrafino o UFG (ultrafine-grained materials). Con las técnicas actuales para producir materiales UFG, se suelen conseguir granos con un tamaño entre 70 y 500 nm [12-15].

Como indica la ecuación de Hall-Petch, el límite elástico (σ_y), viene en gran medida determinado por el tamaño de grano (d) según la fórmula [12]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y * d^{-1/2} \quad (3)$$

Donde σ_0 es la tensión de fricción y k_y la constante elástica del material.

Como podemos deducir de esta fórmula, un tamaño de grano menor, incrementará el límite elástico del material [12], de ahí el interés en la fabricación de materiales con un tamaño de grano muy reducido.

De entre los múltiples procedimientos que existen para conseguir pequeños tamaños de grano, se distinguen dos variantes:

- Bottom-up: Los materiales son fabricados adhiriendo átomos o consolidando sólidos compuestos de nanopartículas. El problema de estas técnicas es que están más orientadas a la fabricación de piezas pequeñas más que a la producción de tamaños mayores a gran escala. Asimismo, los productos fabricados mediante estas técnicas a menudo contienen un grado de porosidad a tener en cuenta además de cierta contaminación inherente al



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

proceso. Ejemplos de estas técnicas son la electrodeposición, condensación mediante gas inerte, y la consolidación posterior a la molienda mecánica.

- Top-down: esta variante es completamente diferente dado que a partir de un volumen de material con un tamaño de grano relativamente grande, aplicará procesos para inducir grandes deformaciones o cargas de impacto hasta obtener un grano ultrafino. Estas enormes deformaciones producen un elevado número de dislocaciones y reorganiza la matriz de fronteras de grano.

La deformación plástica severa o SPD (acrónimo del término inglés Severe Plastic Deformation) es un proceso de conformado de metales que consiste en aplicar enormes deformaciones en un sólido, sin alterar de forma significativa las dimensiones generales del mismo, con el fin de obtener materiales UFG, con un tamaño de grano menor a $1\mu\text{m}$ o 1000nm [12,16,17].

Aunque no es imprescindible para su procesado, la experiencia dice que los procesos de deformación plástica severa para obtener materiales UFG (policristales con tamaños de grano por debajo de la micra) son más efectivos en materiales con estructuras de grano homogéneas, equiaxiales, y fronteras de grano con grandes ángulos de desorientación [12].

Existen diferentes métodos de SPD. Entre los más desarrollados y empleados se encuentran [12,16,17]:

- ARB – Accumulative Roll Bonding (unión por laminación acumulada): método por el cuál varias láminas de material son sometidas en sucesivas pasadas a una deformación severa inducida por dos rodillos hasta conseguir que dichas láminas se adhieran entre ellas. Una vez las láminas han reducido su grosor un 50%, se cortan, se vuelven a colocar una encima de la otra, y se repite el proceso [18].



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

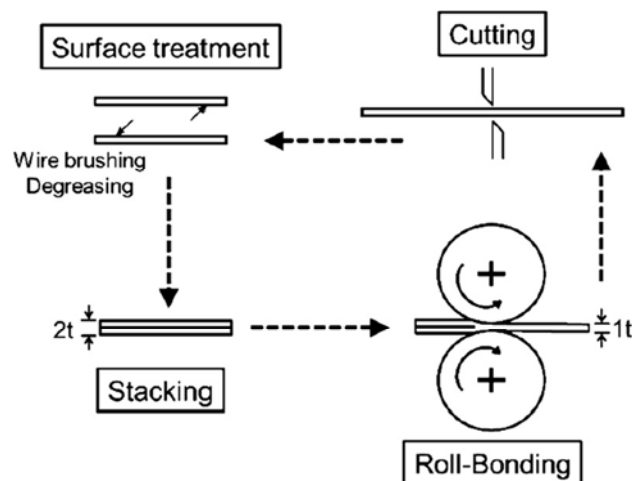


Figura 2.7: Diagrama del proceso ARB [18]

- **MDF – Multi-directional forging** (forja multidireccional): procedimiento por el que una prensa forja multidireccionalmente el material, induciéndole tensiones y por tanto deformaciones en varias direcciones simultáneamente, o en sucesivas pasadas [17].

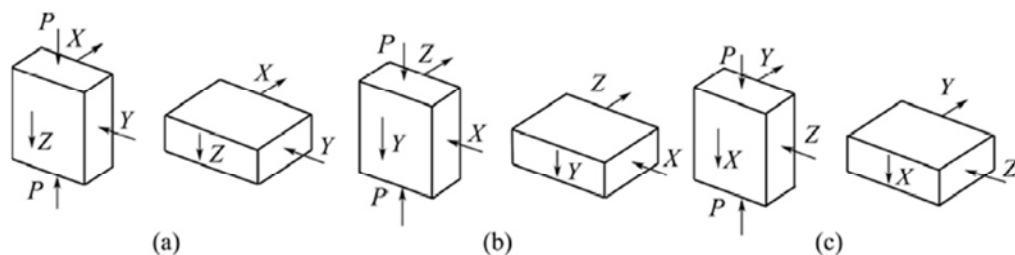


Figura 2.8: Diagrama esquemático del proceso de forja multidireccional en 3 pasadas: a) Pasada 1. b) Pasada 2. c) Pasada 3 [17]

- **HPT – High Pressure Torsion** (torsión con alta presión): En este procedimiento se somete el material, generalmente en forma de disco, a una torsión bajo la acción de una gran presión hidrostática [16].



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

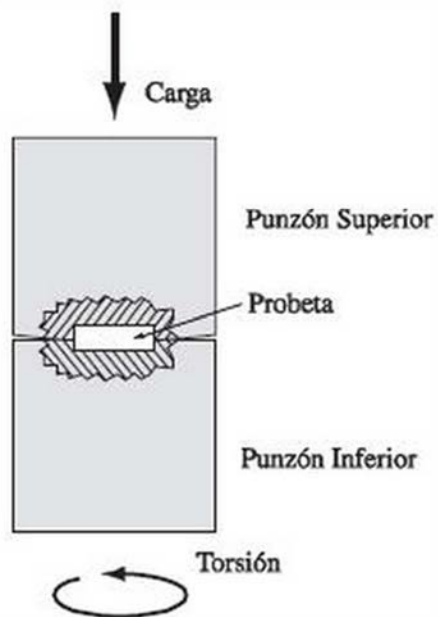


Figura 2.9: Diagrama esquemático del proceso HPT [16]

- ECAP – Equal Channel Angular Pressing (presión en canal angular): consiste en hacer pasar una barra de material a través de un canal de sección constante que cambia de dirección, consiguiendo modificar la microestructura del material sin modificar las dimensiones de la muestra. La Figura 2.10 nos ayuda a comprender gráficamente este proceso [14,15]:

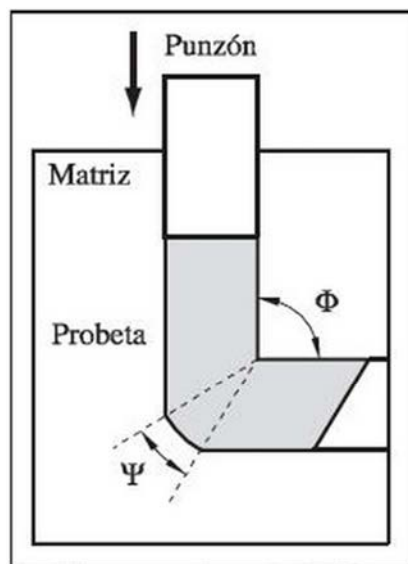


Figura 2.10: Extrusión por canal angular ECAP [14]



2.2.2. EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)

2.2.2.1. Introducción a ECAP

Como hemos visto en el capítulo anterior (2.2.1), ECAP, o Equal-Channel Angular Pressing es uno de los denominados procesos de deformación plástica severa, o SPD.

Esta técnica fue desarrollada en la Unión Soviética por V.M. Segal y sus colaboradores durante los años 70 y 80 y continuó desarrollándose durante los 80 y posteriormente.

El interés de estas técnicas de deformación plástica severa radica en introducir una gran cantidad de dislocaciones y refinar el material a escala microestructural, lo que nos permite obtener un tamaño de grano ultrafino (UFG), por debajo de $1\mu\text{m}$, sin alterar las dimensiones iniciales del material. ECAP es una de las técnicas desarrolladas con este propósito.

Nota: Este procedimiento también puede ser referido por las siglas ECAE, acrónimo anglosajón de Equal-Channel Angular Extrusion

El procedimiento consiste en hacer pasar una barra de material a través de un canal de sección angular constante que cambia de dirección (figura 2.10). Con ello se pretende, además del ya mencionado refinamiento del grano, añadir un gran número de defectos al material como dislocaciones, vacantes y maclas. Todos estos cambios inducidos en la microestructura de la muestra, permiten obtener una mejora de las propiedades mecánicas, especialmente dureza, resistencia, y límite elástico. [12,13]

La deformación angular equivalente que sufrirá la muestra va a depender de numerosos factores, entre otros de Φ y ψ (ver figura 2.10) [14]:

- Φ : ángulo del canal. Es el ángulo formado entre las dos partes del canal
- ψ : ángulo de curvatura. Es el ángulo del vértice exterior de la curvatura del canal.

Al no modificar las dimensiones del material, este procedimiento de deformación puede repetirse numerosas veces para variar la microestructura y orientación del grano de la muestra, influyendo así en sus propiedades [14,15].



Existen diferentes rutas o secuencias para reinsertar el material en el canal de la matriz, alterando su microestructura mediante las sucesivas pasadas. Las rutas más comunes de rotación en el plano transversal o eje X son la ruta A, BA, BC, C, y E. Se explicarán con detalle estas rutas, y su efecto en la deformación producida en la microestructura de la muestra en el apartado 2.2.4.2. de este proyecto.

ECAP es por tanto una técnica de SPD relativamente sencilla de llevar a la práctica.

Es muy común que tras el proceso de ECAP, se lleven a cabo diferentes tratamientos térmicos para terminar de adaptar las propiedades mecánicas del material a la aplicación en cuestión.

En los siguientes apartados se profundizará en los principios básicos de esta técnica y en cómo la deformación, planos de deslizamiento, patrones de cizalladura, geometría de la matriz, ruta escogida y presión de paso, tienen efecto en la microestructura y propiedades mecánicas de la muestra [12].

2.2.2.2. Ventajas de ECAP respecto a otras técnicas de SPD

El método ECAP presenta, para esta aplicación, algunas ventajas respecto a los diferentes métodos de deformación plástica severa explicados en el capítulo 2.2.1. Es por ello que se postula como una de las técnicas preferentes para la fabricación de las partes de CuCrZr de la primera pared del reactor de fusión ITER.

Algunos de los motivos por los que tanto este proyecto como otras investigaciones paralelas se centran en esta técnica son los siguientes [12]:

- 1) No es un procedimiento complejo. Por su sencillez y el equipo necesario, permite ser llevado a cabo en la mayoría de los laboratorios.
- 2) Permite la fabricación de grandes piezas alargadas con multitud de aplicaciones estructurales. Normalmente se consideran óptimas condiciones de ensayo barras de 7 o 10 cm de largo y 1 o 1,2 cm de ancho [12].
- 3) Puede ser utilizado en materiales con diferentes estructuras cristalinas. Funciona desde para metales (o aleaciones) endurecidos por precipitación hasta materiales intermetálicos o materiales compuestos de matriz metálica [12].
- 4) Consigue (si se desea) una alto grado de homogeneidad en la muestra.
- 5) Es un procedimiento que puede ser implementado para la fabricación de piezas de gran tamaño y llevarse a funcionamiento a gran escala,



por lo que es posible su industrialización y comercialización. Por ejemplo para la fabricación de material médico con piezas de titanio.

2.2.3. DIFERENTES MÉTODOS DE ECAP

En esta sección se describirán los diferentes procedimientos más comunes que existen para la obtención de materiales de grano ultrafino mediante ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) o ECAE (Equal-Channel Angular Extrusion)

2.2.3.1. MÉTODO ECAP CONVENCIONAL

Una barra o varilla, generalmente de sección cuadrada o circular, se hace pasar por un canal de sección constante cuya dirección cambia un cierto ángulo.

La barra se fabrica de acuerdo a las dimensiones de dicho canal y se coloca una prensa o punzón que presionará la barra de material a pasar por este canal. El paso de la muestra por el cambio de dirección del canal produce una enorme deformación por cizalladura en el material, que saldrá de la matriz sin variaciones significativas en sus dimensiones pero sí en su microestructura [12,13].

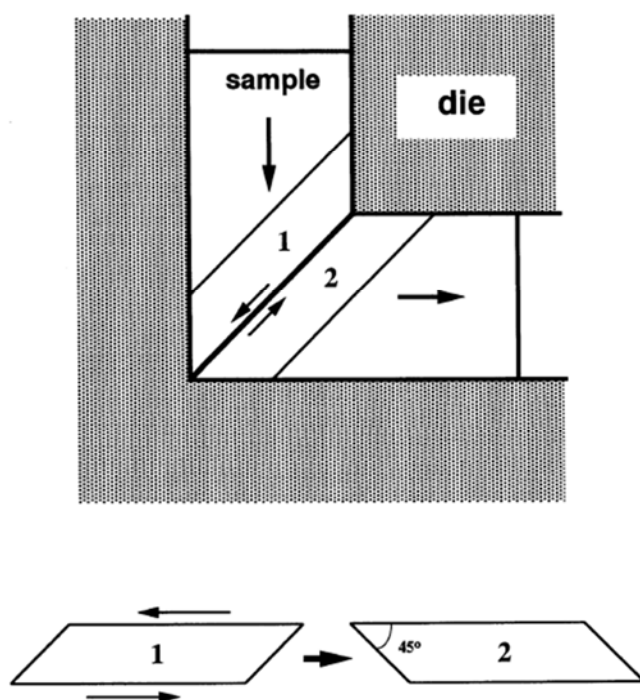


Figura 2.11: Figura que representa el esfuerzo de cizalladura que sufre la muestra a su paso por la matriz para un cambio de dirección de 90°. Los elementos 1 y 2 se transponen debido al esfuerzo cortante [12]

Nota: Para el molde de las figuras 2.11 y 2.12, el ángulo Ψ es de 90° , y el ángulo ψ de 0° .

Al mantenerse las dimensiones de la sección transversal se pueden realizar sucesivas pasadas de la muestra por el canal, rotándola en cada una de ellas para conseguir activar planos de deslizamiento que afectarán a sus propiedades mecánicas. Gran parte de la investigación actual radica en la experimentación con las diferentes rutas posibles para correlacionarlas con las propiedades obtenidas [12,14,15].

Es importante especificar también el criterio de tres planos ortogonales que nos permitirán entender la rotación de la pieza: X, Y, Z [12].

- X: Plano transversal, perpendicular a la dirección de avance de la pieza.
- Y: Plano de flujo. Es el plano paralelo a la cara lateral a la salida del molde según la siguiente figura 2.12 (posteriormente veremos que por la geometría de nuestra matriz, el plano de flujo corresponderá con la cara superior).
- Z: Plano longitudinal, paralelo a la superficie superior a la salida del molde según la figura 2.12.

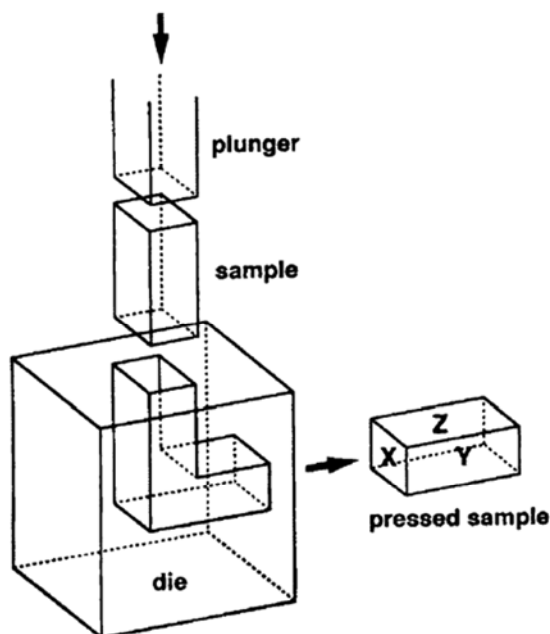


Figura 2.12: ilustración esquemática del proceso convencional de ECAP en la que se identifican los planos transversal (X), de flujo (Y), y longitudinal (Z) [12]



2.2.3.2. MÉTODOS ALTERNATIVOS DE ECAP

El inconveniente del procedimiento convencional de ECAP, es que la barra tiene que ser retirada de la matriz o molde, y reinsertada en la misma, sea o no rotada en el transcurso de esta operación, para conseguir una microestructuras y propiedades óptimas. Esta operación, además de ser laboriosa, consume una considerable cantidad de tiempo, especialmente si pensamos en esta técnica de deformación plástica severa para su aplicación y comercialización a gran escala.

Para solucionar este problema, existen a día de hoy diferentes diseños que permiten conseguir en el material el efecto de varias pasadas sin necesidad de retirarlo, rotarlo, y reinsertarlo manualmente en cada una de estas pasadas. Algunos de estos métodos alternativos se explican a continuación.

Matriz rotatoria

Su configuración consiste en una matriz con dos canales de idéntica sección, que interseccionan en el centro de la misma, con un ángulo de 90° (Figura 2.13a). Tres punzones son introducidos posteriormente, dos en cada lado del canal horizontal, y uno en la parte inferior del canal vertical. Se introduce la barra por la parte superior del canal, de forma que ésta queda reposando sobre el punzón inferior. En este momento se introduce el punzón superior y se presiona de forma que la barra se ve obligada a cambiar de dirección y salir por la única vía que tiene, la parte izquierda del canal horizontal (el resto de punzones están bloqueados) (Figura 2.13b). A continuación se rota la matriz y se repite el proceso tantas veces como se quiera (figura 2.13c).

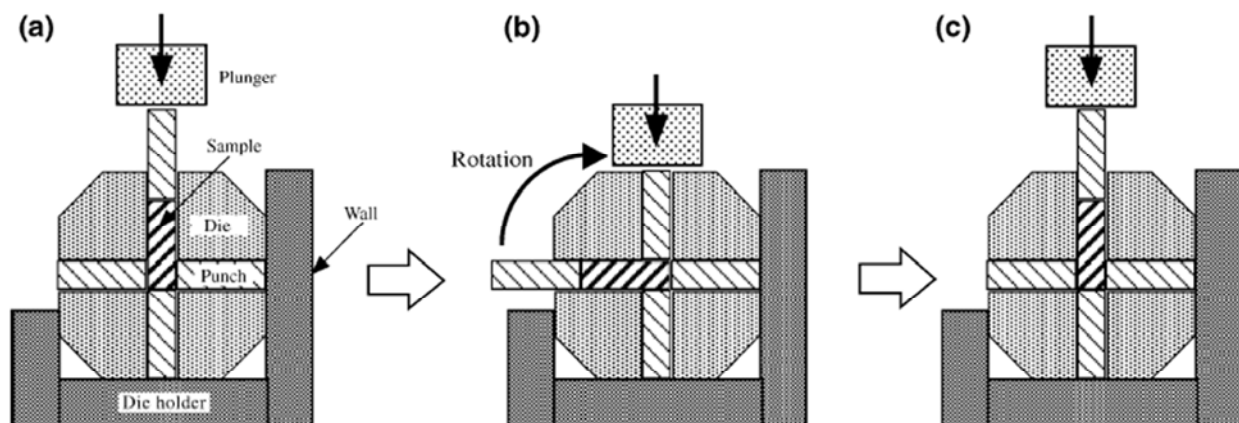


Figura 2.13: Diagrama esquemático del proceso de forja multidireccional en 3 pasadas: a) Pasada 1, b) Pasada 2, c) Pasada 3 [12]

Este proceso equivale a sucesivas repeticiones de la ruta A (sin rotación), y es efectivo hasta unas 32 pasadas [12].

Extrusión lateral

En este método alternativo, cuatro levas permiten empujar y tirar, generando grandes esfuerzos de deformación.

En la siguiente imagen, figura 2.14, puede verse como el punzón A empuja la muestra hacia el canal derecho mientras el punzón B ejerce a su vez cierta presión sobre la muestra. Mientras tanto el resto de canales están bloqueados.

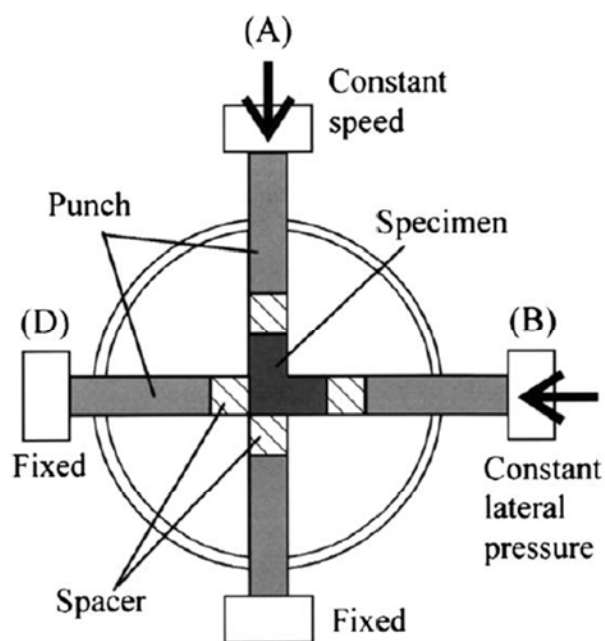


Figura 2.14: Esquema del proceso de extrusión lateral

Este método, al igual que el anterior, equivale a la ruta A y ha demostrado ser efectivo hasta 10 pasadas [12].

Matriz multipaso

El inconveniente de los dos métodos anteriores es que la adquisición de matrices de



esa tipología es costosa. Un nuevo método alternativo que no tiene este inconveniente y que también permite ahorrar el tiempo de extracción y reinsertión de la muestra en la matriz es la matriz multipaso.

Un ejemplo de este tipo de matriz es el que podemos observar en la siguiente imagen, figura 2.15, en el que observamos que el canal tiene sucesivas curvaturas (hasta 5), y que equivaldría a la ruta C.

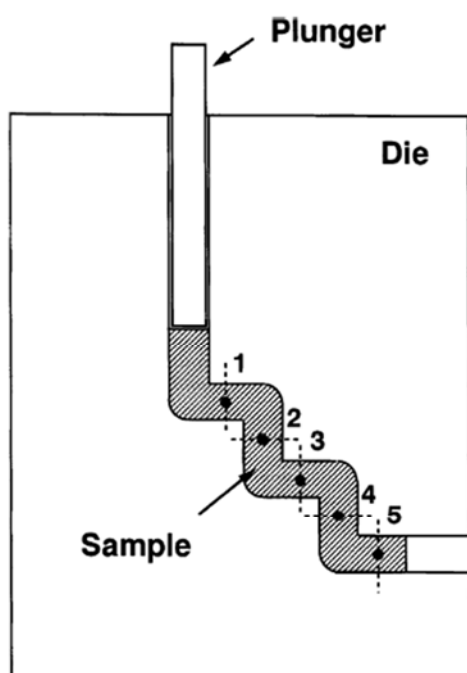


Figura 2.15: Ilustración del proceso de ECAP en una matriz multipaso [12].

Este tipo de matriz resulta muy útil para observar cómo evoluciona la microestructura de la muestra en función del número de pasadas, ya que cada uno de los puntos (1, 2, 3...) que podemos ver en la figura anterior equivale a ese mismo número de pasadas [12].

2.2.4. PARÁMETROS FUNDAMENTALES Y FACTORES EXPERIMENTALES EN ECAP

En esta sección se profundizará en los parámetros fundamentales que afectan a la microestructura obtenida en los materiales procesados mediante ECAP.

2.2.4.1. DEFORMACIÓN

El proceso de ECAP produce enormes deformaciones en la barra de material.

La figura 2.16 a continuación, nos ayudará a comprender en detalle la deformación provocada y los parámetros que afectan a ésta. Como podemos ver, se supone un pequeño elemento cuadrado denominado como $abcd$, que pasa a través del plano cortante y se distorsiona dando lugar a $a'b'c'd'$.

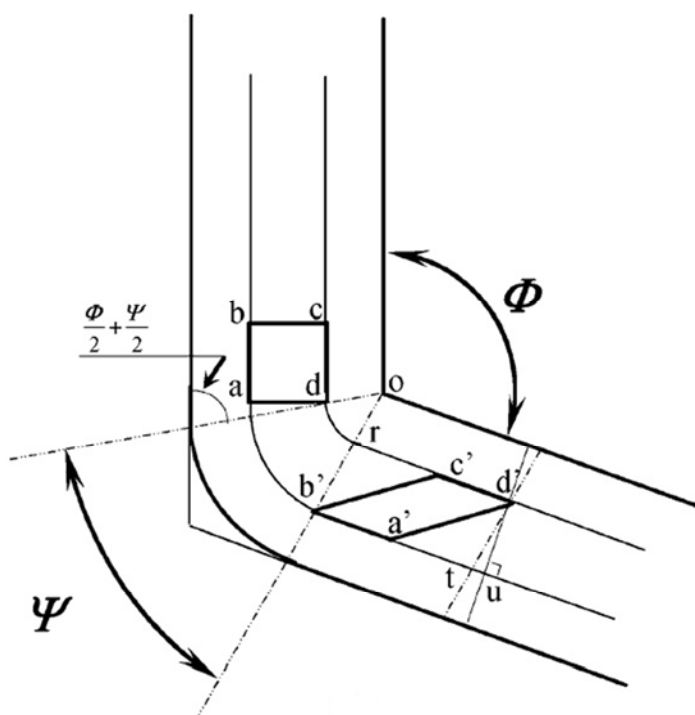


Figura 2.16: Ilustración esquemática de la deformación producida mediante ECAP en función de la geometría de la matriz para $0^\circ < \Psi < (180 - \Phi)^\circ$ [23].

Tal deformación γ puede ser calculada analíticamente y, para $0^\circ < \Psi < (180 - \Phi)^\circ$, toma la expresión: [23].

$$\gamma = 2 * \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi * \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (4)$$

Nota: suponiendo una matriz completamente lubricada de modo que podamos despreciar la fricción entra la muestra y la matriz.

Nótese que la forma de la ecuación anterior, Ec. (4), queda simplificada para los dos casos límite en los que:

- $\Psi=0^\circ$ (Figura 2.17a) $\Rightarrow \gamma = 2 * \cot\left(\frac{\Phi}{2}\right)$ (5)
- $\Psi = (180- \Phi)^\circ$ (Figura 2.17b) $\Rightarrow \gamma = \Psi$ (6)

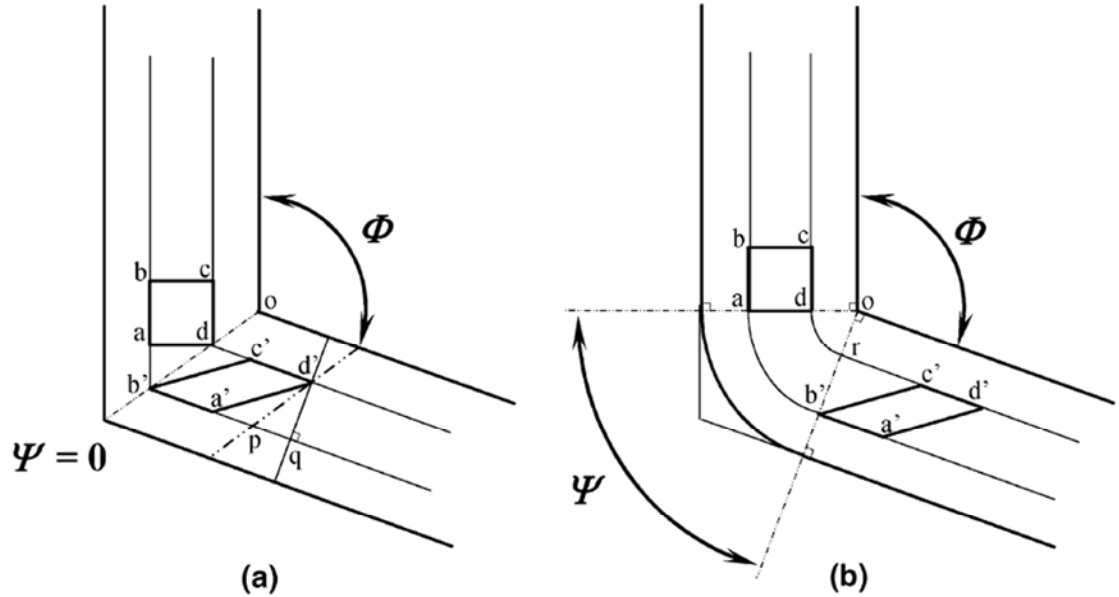


Figura 2.17: Ilustración esquemática de la deformación producida mediante ECAP en función de la geometría de la matriz para las situaciones límite a) $\Psi = 0^\circ$ y b) $\Psi = (180- \Phi)^\circ$ [23].

Por último, la deformación equivalente producida tras N pasadas, ε_N , de la muestra por la matriz, puede ser expresada mediante la siguiente ecuación, Ec (7) [23]:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 * \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi * \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad (7)$$

La gráfica siguiente (figura 2.18) muestra la deformación producida en el material en función del ángulo del canal Φ y ángulo de curvatura externa Ψ .

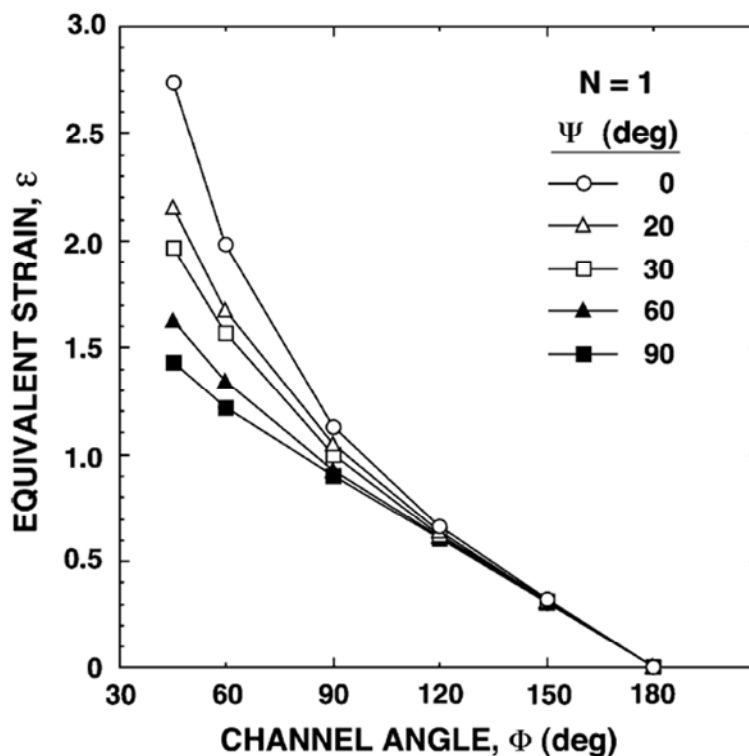


Figura 2.18: Expresión gráfica del efecto de los ángulos del canal, Φ , y el arco de curvatura, Ψ , en la deformación equivalente, ε , para una única pasada ($N=1$) [12]

De la gráfica anterior podemos deducir que a menor ángulo del canal Φ mayor deformación, siendo esta deformación nula para un ángulo de 180° [20].

Paralelamente, cuanto menor es el ángulo exterior de la curva Ψ , mayor es la deformación que se produce sobre el material [20].

Nota: Esta última conclusión sobre el efecto del ángulo de curvatura proviene directamente de la representación matemática de la fórmula teórica. En el apartado 2.2.4.4. Ángulo del Arco de Curvatura Exterior, hablaremos sobre lo que han concluido en la práctica algunos estudios al respecto.

En cualquier caso, producir una deformación mayor también implicará la necesidad de ejercer una presión de empuje mayor para hacer pasar la barra por la matriz.

2.2.4.2. RUTA



Como ya se explicó en el apartado 2.2.2.1., hay fundamentalmente cinco rutas básicas de procesamiento. Cada una de estas activará diferentes sistemas de deslizamiento, y dará lugar a distintas microestructuras y propiedades mecánicas. Estas cinco rutas son [12,14,15]:

- Ruta A: La barra se hace pasar varias veces sin rotación alguna (0°), volviéndola a introducir en el mismo sentido que ha salido.
- Ruta BA: Se realiza una rotación de 90° a cada pasada de la muestra, una vez en sentido antihorario y la siguiente en sentido horario, y así sucesivamente. Es decir, $+90^\circ$, -90° , $+90^\circ$, -90° ...
- Ruta BC: Se realiza una rotación de 90° a cada pasada de la muestra en sentido antihorario, es decir, $+90^\circ$, $+90^\circ$, $+90^\circ$...
- Ruta C: se produce una rotación de 180° a cada pasada.
- Ruta E: 180° , 90° , 180° ...

Nota: Recordar que la rotación de la pieza se realiza en el plano transversal, es decir en el eje X.

La figura 2.19 a continuación, ayudará a entender gráficamente estas 4 rutas básicas de procesamiento:

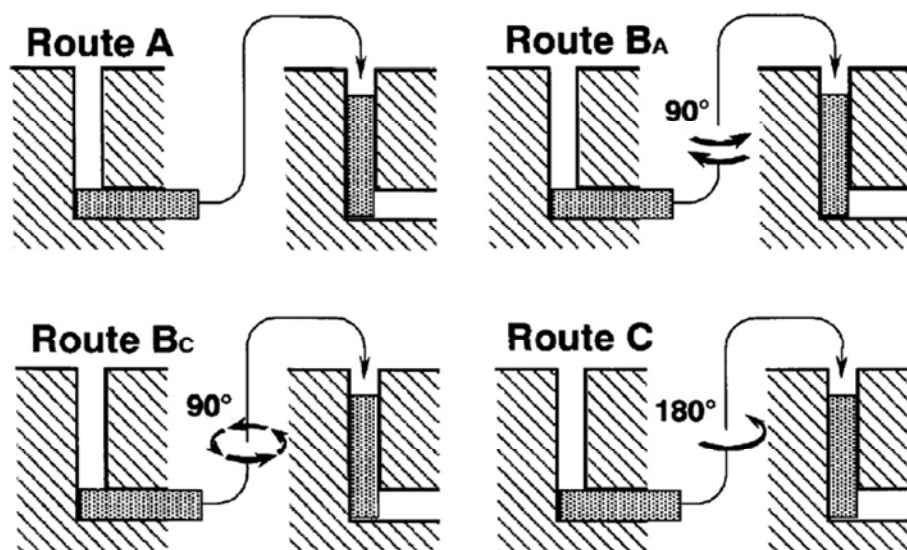


Figura 2.19: Ilustración de las cuatro rutas básicas de procesamiento mediante ECAP [12]

SISTEMAS DE DESLIZAMIENTO

De acuerdo al criterio especificado en el apartado 2.2.3.1, los planos de cizalla que actúan a cada pasada en las diferentes rutas de procesamiento se representan gráficamente en la figura 2.20 a continuación:

Nota: 1, 2, 3 y 4 corresponden al número de pasada.

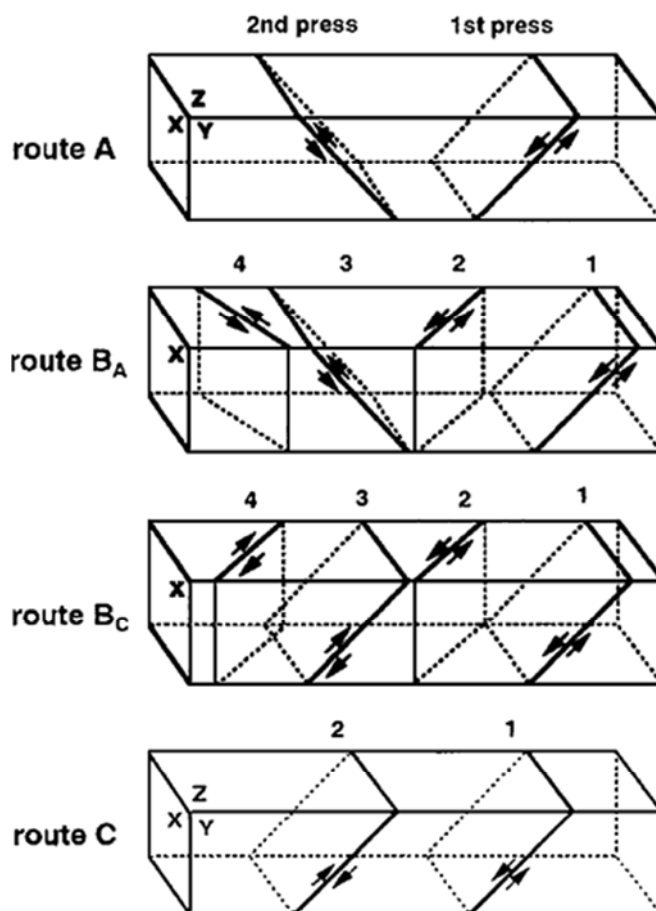


Figura 2.20: Planos de cizalla que actúan en las diferentes pasadas por las rutas A, BA, BC, y C [12].

- Ruta A: Se generan dos planos de corte que interseccionan a un ángulo de 90° entre ellos. A cada pasada se incrementa la deformación acumulada.
- Ruta BA: En esta ruta, a diferencia de la ruta A, se generan cuatro planos de corte que interseccionan esta vez a 120° entre sí. Como en la ruta explicada anteriormente, la deformación inducida se acumula a cada pasada de la muestra por la curva del canal.
- Ruta BC: Proceso de deformación “redundante”. Como podemos ver, las tensiones del plano de cizalla de la tercera pasada, cancelan las de la primera, y a su vez la cuarta contrarresta el deslizamiento generado en la segunda pasada. Los planos de deslizamiento se restablecen cada cuatro pasadas.
- Ruta C: También puede considerarse redundante, ya que el plano de cizalla es el mismo para las sucesivas pasadas, pero el sentido de las



tensiones de cizalladura se invierten. El sistema de deslizamiento se restablece por tanto cada 2 pasadas, o mejor dicho, cada número par de pasadas.

PARÁMETROS CORTANTES

Para entender aún mejor la influencia de estas distintas rutas en la deformación de la pieza, explicadas en el capítulo anterior, vamos a ilustrar la deformación que sufriría en cada eje un supuesto elemento cúbico diferencial de la muestra a su paso por la matriz, tras sucesivas pasadas.

La figura 2.21 a continuación resume cómo evoluciona la deformación en cada uno de sus tres ejes ortogonales, de este hipotético elemento diferencial de la muestra:













































































































Route	Plane	Number of pressings									
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	
A	X										
	Y										
	Z										
B _A	X										
	Y										
	Z										
B _C	X										
	Y										
	Z										
C	X										
	Y										
	Z										

Figura 2.21: Deformación inducida en los ejes X Y Z de un elemento cúbico diferencial de la muestra tras sucesivas pasadas por la matriz de acuerdo con el criterio de las rutas A, B_A, B_C, y C [12].

- Ruta A: La distorsión del elemento cúbico diferencial se acentúa a cada pasada en el plano transversal (X) y en el plano de flujo (Y). En el plano longitudinal o eje Z, no sufre deformación alguna.
- Ruta BA: Con esta ruta, la distorsión aumenta en los 3 ejes o planos con cada pasada como podemos ver en la figura 2.21. A cada pasada por la matriz sufre una deformación acumulativa en todas sus direcciones.
- Ruta BC: La forma del elemento cúbico diferencial se restablece cada cuatro pasadas. Esto ocurre porque los planos de cizalla cada dos pasadas son idénticos, aunque con sentido de corte opuesto.
- Ruta C: el elemento cúbico diferencial no sufre distorsión en el eje Z o plano longitudinal, y su forma se restablece en los planos transversal (X) y de flujo (Y) cada dos pasadas.

La siguiente imagen, figura 2.22, muestra cómo varía con cada pasada el patrón de corte en los 3 planos. Esto nos permite entender mejor la deformación del elemento cúbico diferencial que explicábamos anteriormente.

Nótese que el código de color denota la cizalladura impuesta a cada pasada y permite ver cómo se va acumulando en las sucesivas, siendo rojo para la primera pasada, malva para la segunda, verde para la tercera, y azul para la cuarta.

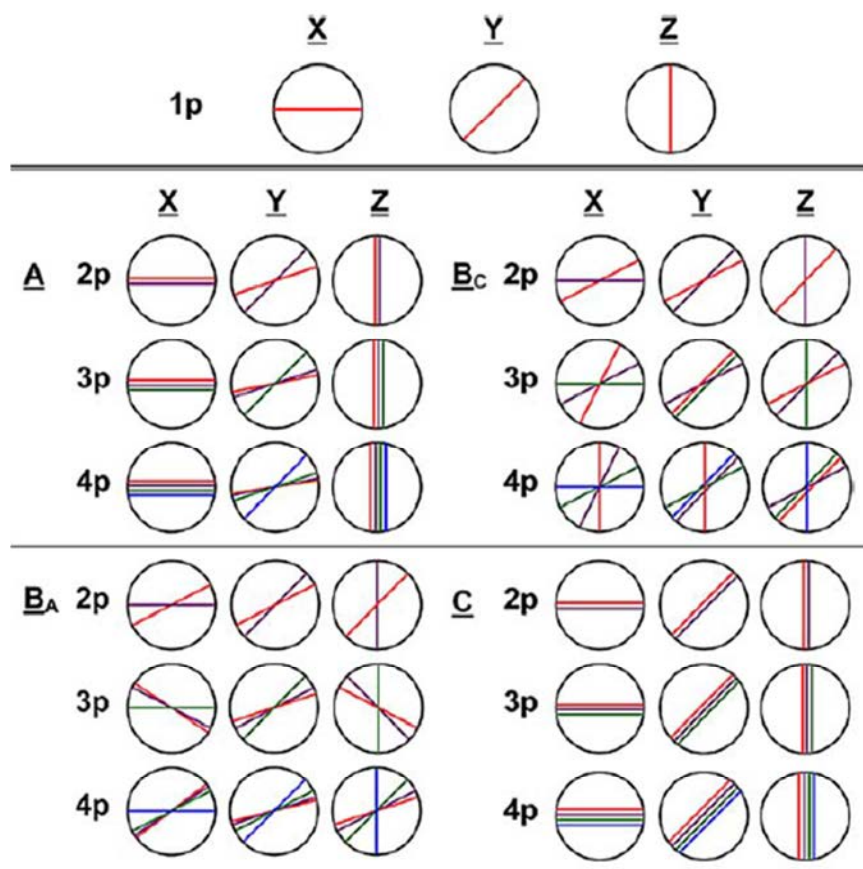


Figura 2.22: Patrones de corte generados en los ejes X Y Z tras sucesivas pasadas por la matriz de acuerdo con el criterio de las rutas A, BA, BC, y C [12].



2.2.4.3. ÁNGULO DE CAMBIO DE DIRECCIÓN DEL CANAL, Φ

El ángulo del cambio de dirección es el más influyente de los factores experimentales relacionados con el diseño de la matriz. Es este ángulo el que definirá en mayor medida la cantidad de deformación a inducir sobre la muestra en cada pasada [12].

A pesar de su importancia, no abundan los estudios sobre las variaciones de microestructura obtenidas con diferentes ángulos de canal. Uno de los pocos estudios importantes realizados al respecto es el llevado a cabo por Nakashima K et al. [12]. En este estudio se procesaron mediante ECAP barras de aluminio puro en matrices de 90° , $112,5^\circ$, 135° y $157,5^\circ$. Las 4 barras se hicieron pasar siguiendo la ruta BC el número de veces necesario (4, 6, 9 y 19 respectivamente) para obtener en todos los casos una deformación ≈ 4 .

La figura 2.23 a continuación muestra los resultados obtenidos en la microestructura junto con los patrones obtenidos mediante SAED (Selected Area Electron Diffraction) de regiones de $12,3 \mu\text{m}$ de diámetro.

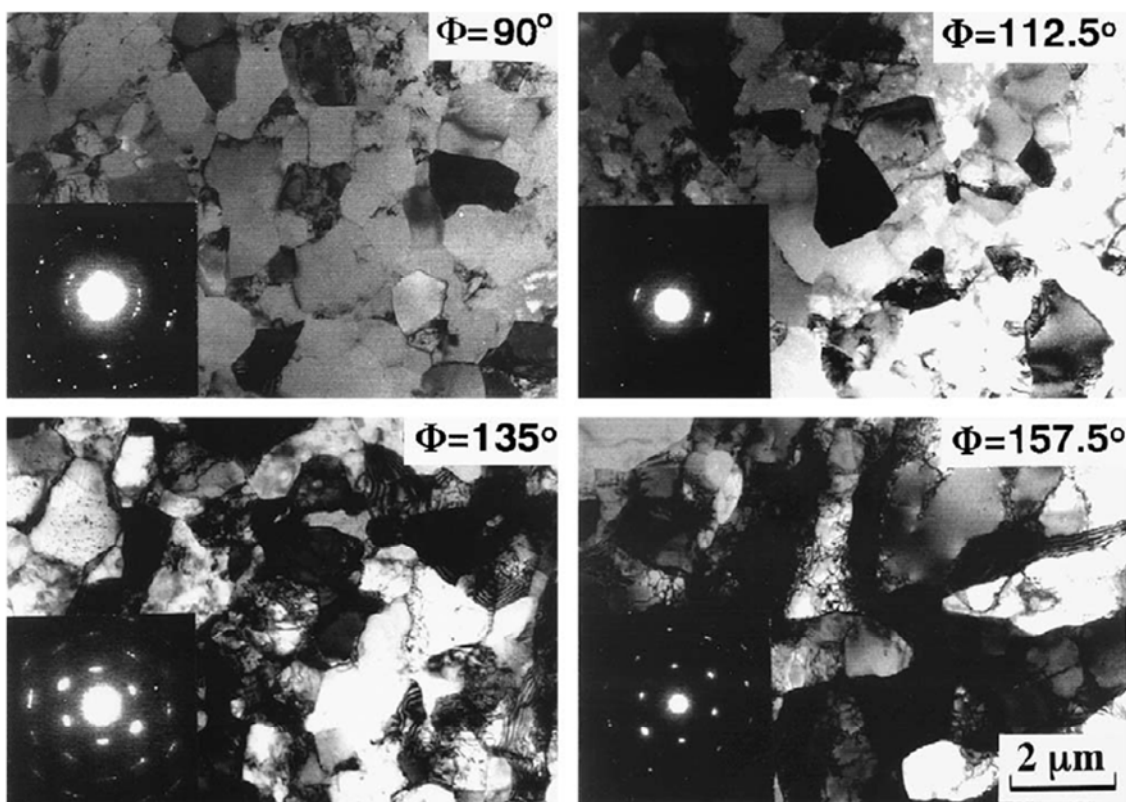


Figura 2.23: Microestructura y patrones observados mediante SAED en barras de aluminio extruidas por ECAP en matrices con ángulos de canal de 90° , $112,5^\circ$, 135° y $157,5^\circ$ hasta obtener deformaciones del orden de 4 [12].



Como puede verse en esta figura 2.23, a menor ángulo de canal Φ , se obtiene una microestructura mucho más homogénea. También podemos ver en las medidas de SAED, que bajos ángulos favorecen un mayor ángulo de desorientación de las fronteras de grano, lo cual favorece en principio el incremento de algunas propiedades mecánicas como dureza, resistencia, y límite elástico.

Un ángulo de canal de 90° demostró por tanto producir una deformación más eficiente en cuanto a número de pasadas, homogeneidad, y desorientación de bordes de grano. Debemos considerar en cambio, que es mucho más sencillo hacer pasar una barra de material por un canal con curvaturas mayores, y algunos metales o aleaciones de menor ductilidad que el aluminio pueden no ser aptas para su procesamiento mediante ECAP en matrices de 90° , que podrían ejercer tensiones de tal magnitud que generaran importantes grietas en el material (por ejemplo el tungsteno [12]). No obstante, para obtener mejores propiedades mecánicas, es recomendable usar matrices con un ángulo de canal próximo al menor posible ya que experimentalmente queda probado que lo importante para el refinamiento de la microestructura no es la deformación total acumulada inducida sobre el material, sino la cantidad de deformación impuesta a cada pasada [12].

Siguiendo el razonamiento anterior, parece interesante experimentar con ángulos de canal $\Phi < 90^\circ$, pero en un estudio realizado con matrices de 60° por Furuno et al. [20], se concluyó que si bien se conseguía un refinamiento del grano excelente con estas matrices, el tamaño medio del grano era muy próximo al obtenido con matrices de 90° , y en cambio la presión necesaria para hacer pasar barras de material por canales tan curvados era mucho mayor.

Por tanto, podemos concluir, que para los casos en los que la ductilidad del material lo permite, 90° es el ángulo de canal Φ idóneo para refinar el grano [12].

2.2.4.4. ÁNGULO DEL ARCO DE CURVATURA EXTERIOR, Ψ

El ángulo de curvatura exterior Ψ , es el ángulo de encuentro de las dos direcciones del canal de la matriz por las que se hace pasar la barra de material.

Si bien, sobre todo en la teoría, se tiene en cuenta la presencia de este ángulo en la deformación producida, su efecto es mucho menor que el producido por el ángulo del canal Φ .

A pesar de que si existen numerosas modelizaciones y desarrollos teóricos de la influencia de este ángulo, no abundan experimentos prácticos que prueben su efecto en la deformación plástica y presión necesaria sobre la muestra.

Uno de los estudios centrados en esta discusión [21,22], se propuso evaluar el efecto del ángulo de curvatura Ψ mediante la extrusión de barras de aluminio puro en dos matrices, ambas con ángulo de canal $\Phi=90^\circ$, pero ángulo de curvatura $\Psi=0^\circ$ para la primera y 20° para la segunda, y efectuando el mismo número de pasadas $N=4$.

Los resultados de dicho estudio no fueron determinantes pues tras el procesamiento los valores medios de dureza Vickers de ambas muestras eran similares: 42,1 para la matriz con $\Psi=0^\circ$ y 43,2 para la matriz con $\Psi=20^\circ$ [21].

En la siguiente ilustración, figura 2.24, podemos ver mapeados los valores de microdureza registrados en el plano transversal para las dos muestras.

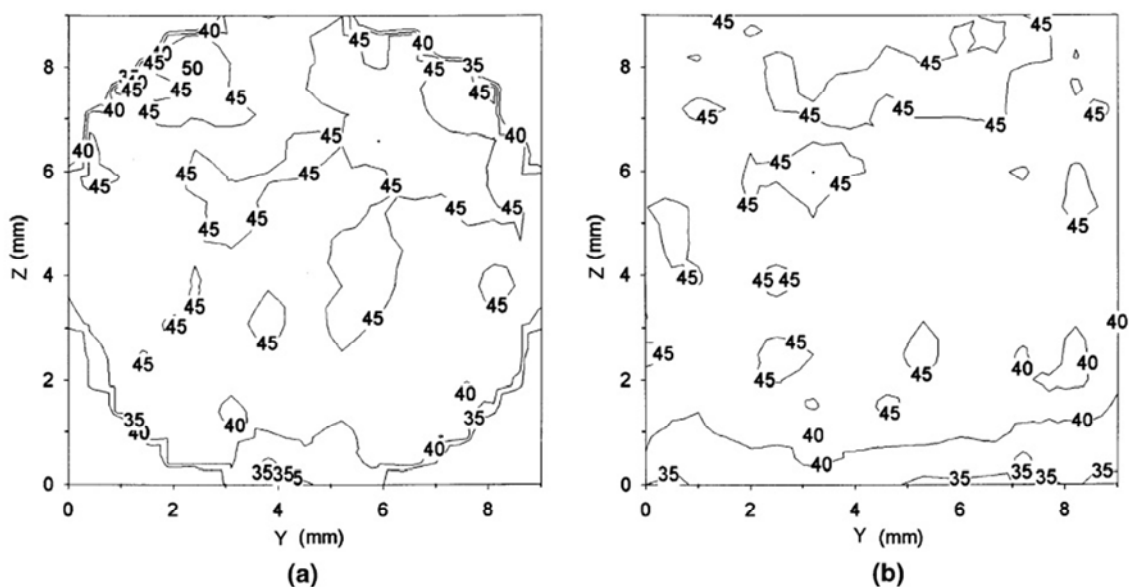


Figura 2.24: Mapeado de los valores de la microdureza Vickers en el plano transversal tras 4 pasadas de extrusión de barras de aluminio puro en una matriz de $\Phi=90^\circ$ y a) $\Psi=0^\circ$ y b) $\Psi=20^\circ$ [21].

Sí llama la atención la presencia de una pequeña área de inhomogeneidad en la superficie inferior de la barra, con valores de microdureza <35 . Esta área es un poco más extensa en la barra extruida con $\Psi=20^\circ$. Esto es debido a lo que se denomina “dead zone” o zona muerta. En esta zona, la barra de material se despegue de la pared de la matriz durante su deformación, por lo que el ángulo de curvatura Ψ no tiene una importancia mayor en la deformación final producida.

Por tanto, al menos para valores de $\Psi=0^\circ$ y $\Psi=20^\circ$, a pesar de lo que se preveía teóricamente (Figura 2.18), las propiedades mecánicas y en concreto la dureza es prácticamente idéntica.



En la práctica, es muy difícil construir matrices con ángulos de curvatura $\Psi=0^\circ$, pues cierta curvatura será inevitable. Esto hace que por lo investigado hasta ahora las matrices con $\Phi=90^\circ$ y $\Psi=20^\circ$ sean el acercamiento más prometedor a un procesamiento ECAP eficaz [12].

2.2.4.5. VELOCIDAD DE EXTRUSIÓN

La presión ejercida para hacer pasar la muestra a través del canal viene normalmente ejercida por una prensa hidráulica. Estas prensas pueden trabajar a un amplio rango de velocidades, llegando a alcanzar velocidades relativamente altas.

Varios estudios se han llevado a cabo para observar la influencia de la velocidad de extrusión sobre la microestructura y propiedades obtenidas.

Un estudio [54] fue llevado a cabo con una aleación de Al-1%Mg, en la que se realizaron cuatro pasadas siguiendo la ruta BC a rangos de velocidades entre 0,01 y 10 mm/s.

Los resultados de la dependencia del límite elástico con la velocidad de extrusión y número de pasadas puede verse a continuación en la figura 2.25:

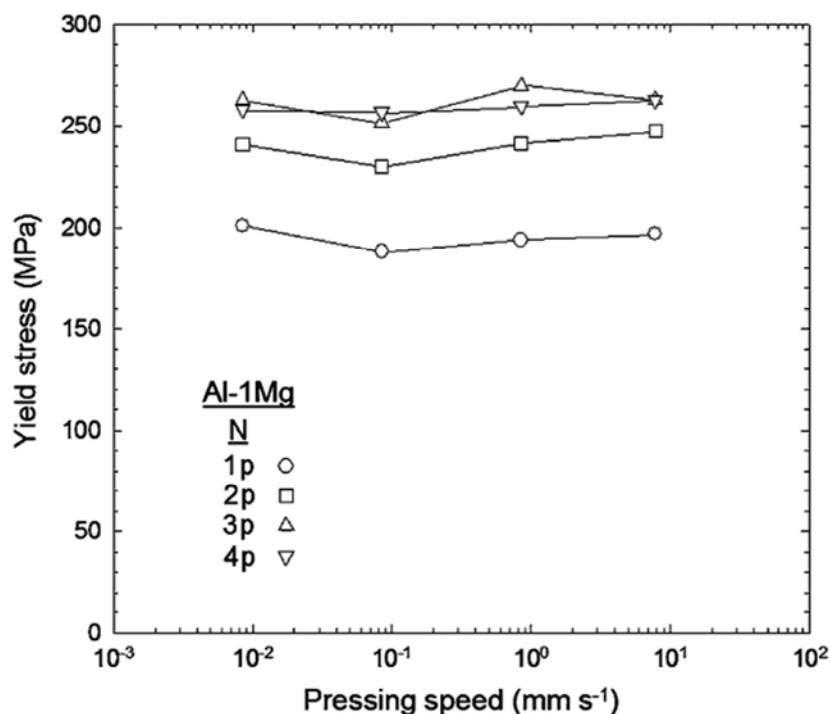


Figura 2.25: Límite elástico frente a velocidad de procesamiento para 1, 2, 3 y 4 pasadas de ECAP de la aleación Al-1%Mg [24].



Varias conclusiones pueden sacarse de estos resultados: una de ellas es que la velocidad de procesamiento no afecta de manera importante al límite elástico del material, otra es que, tal y como se esperaba, a mayor número de pasadas mejores propiedades mecánicas tendiendo a saturarse a las 4 pasadas (ruta BC).

Varias investigaciones similares sobre aluminio puro y algunas de sus aleaciones [25] y sobre el titanio [26], llegaron a conclusiones similares: Si bien es cierto que la microestructura adquiere una homogeneidad algo mayor a velocidades de procesamiento inferiores, el valor de esta última no afecta significativamente al tamaño de grano ni a las propiedades mecánicas.

2.2.4.6. TEMPERATURA DE EXTRUSIÓN

La temperatura es uno de los factores claves en el procesamiento mediante ECAP, ya que es un parámetro fundamental que afecta a la disposición y tamaño de los granos, y es fácilmente controlable y modificable operativamente.

Existe abundante bibliografía relacionada con este factor de operación en la que se llega a conclusiones similares. Uno de estos estudios es el realizado sobre el acero inoxidable 304L, un material muy resistente a la corrosión y oxidación pero con el inconveniente de un bajo límite elástico que se intentó mejorar mediante ECAP a diferentes temperaturas de procesamiento.

Nota: Este material es bastante interesante en relación al estudio de la aleación de CuCrZr porque la microestructura inicial de ambos materiales es muy similar.

Se observó durante el proceso que, por debajo de 700 °C, la microestructura era de tipo laminar, con presencia de maclas (en algunos granos y en forma de bandas individuales) y subgranos parecidos a los que aparecen en metales con estructuras fcc al deformarlos en frío [28].

A temperaturas >800 °C (para el SS), tiene lugar una recristalización dinámica y estática en el material, que da lugar a granos equiaxiales de mayor tamaño y a una baja densidad de dislocaciones [28].

Los resultados del estudio de tensión - deformación llevado a cabo en cada una de las barras de material procesadas a diferentes temperaturas pueden verse en la siguiente ilustración, figura 2.26:

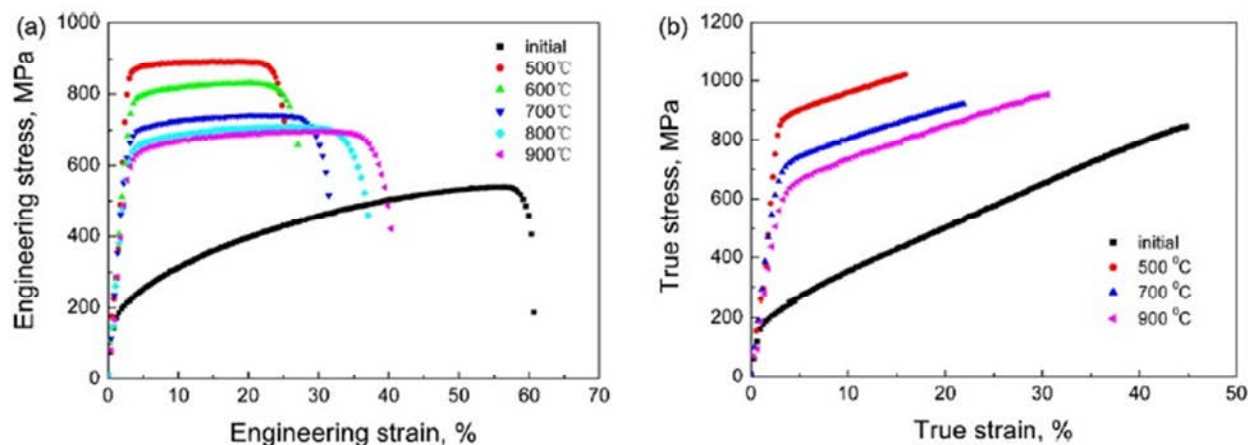


Figura 2.26: Curvas a) Engineering stress - strain b) True stress – strain del acero inoxidable procesado mediante ECAP a diferentes temperaturas [28].

Se concluye de las curvas precedentes y de un análisis más profundo de las propiedades de este acero, que una menor temperatura de procesamiento dará lugar a un refinamiento mayor del grano, mayor abundancia de maclas (que dificulta el movimiento de dislocaciones) y por tanto mayor resistencia aunque menor ductilidad y capacidad de alargamiento bajo deformación [12,18].

Con el incremento de la temperatura, una recuperación dinámica y estática tiene lugar: el grano crece, la densidad de dislocaciones disminuye y aumenta la cantidad de fronteras de grano de bajo ángulo, con lo que se consigue el efecto contrario, mayor ductilidad pero un límite elástico inferior [12,28].

Una investigación similar [27] fue llevada a cabo para una aleación de Al-Mg-Zn-Cu, y se obtuvieron conclusiones similares sobre el efecto de la temperatura de ECAP en las propiedades y microestructura de la muestra. Se demuestra entonces, que aunque las conclusiones del apartado anterior sean válidas, el efecto de la temperatura tiene una gran dependencia del material, ya que la temperatura de transición de altos a bajos ángulos de frontera de grano será diferente para cada metal o aleación.

2.2.4.7. CONTRA-PRESIÓN

La contrapresión o “back pressure” no es la presión de empuje con la que se impulsa a la probeta para su avance por el canal de la matriz en dirección hacia la curva del canal y su paso por esta. La denominada presión de empuje se refiere a una presión que se añadirá en dirección contraria al avance de la muestra, y que ha demostrado tener efectos positivos en la modificación de la microestructura y propiedades de la muestra.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Para ilustrar cómo y donde actúa esta presión, veamos la figura 2.27 a continuación:

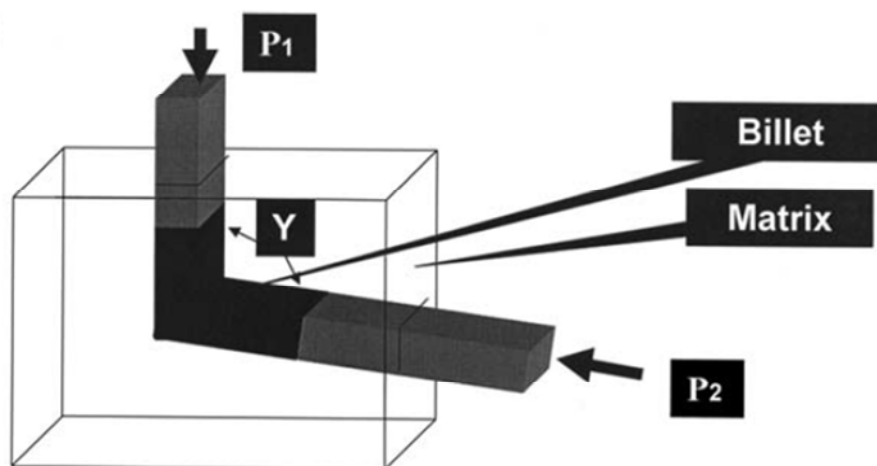


Figura 2.27: Esquema de las presiones ejercidas sobre la muestra durante ECAP; Presión de empuje P_1 y contra-presión P_2 .

Dicha presión de empuje puede ser ejercida de diferentes formas, por ejemplo aumentando el rozamiento en el canal de salida, o usando algún medio dúctil-viscoso, aunque los avances actuales permiten controlarla computacionalmente con enorme precisión mediante un segundo punzón en el canal de salida.

Existe literatura al respecto sobre la influencia de este factor en probetas de Cu [28], aluminio recocido [29], aluminio puro [30] y Cu-0,2Zr [30] que llegan a las mismas conclusiones. Esta presión es beneficiosa para aumentar el número de pasadas admitidas por el material sin llegar a agrietarse. En el caso del cobre se incrementaba el número de pasadas previas a la aparición de grietas de 12 a 16 con sólo 300 MPa de contrapresión [28] y en el caso del aluminio recocido y enfriado rápidamente de 1 a 4 con 450 MPa [29].

También se ha demostrado que evita que el material se despegue del arco exterior de la curvatura del canal y por tanto se genere lo que se denomina zona muerta. Como ya explicamos anteriormente, esta zona muerta produce una pequeña región de inhomogeneidad en la que las propiedades mecánicas empeoran.



CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se detalla el procedimiento experimental que se ha llevado a cabo para la consecución de los objetivos de este proyecto. Se indican las tareas que se han acometido, cómo se han realizado y porqué se han escogido determinados métodos y no otros. También se presentan los fundamentos básicos de las técnicas e instrumentación que se han utilizado para la realización de este trabajo de investigación.

En este capítulo se detalla el procedimiento experimental que se ha llevado a cabo para la consecución de los objetivos de este proyecto. Se indican las tareas que se han acometido, cómo se han realizado y por qué se han escogido determinados métodos y no otros. También se presentan los fundamentos básicos de las técnicas e instrumentación que se han utilizado para la realización de este trabajo de investigación.

3.1. OBTENCIÓN DEL MATERIAL

El material utilizado en este trabajo, Cu0.65%Cr0.08%Zr (% en peso), fue suministrado por COASOL Y FORJA DE ACEROS Y METALES en forma de barras de dimensiones 12x25x1500 mm³. La composición de la aleación CuCrZr, cumple con las especificaciones ITER: % en peso de Cr y Zr dentro de los intervalos 0.6-0.9 y 0.07-0.15, respectivamente. De las barras originales se obtuvieron barras de sección cuadrada de 12x12 mm² y longitud 105 mm (Fig. 3.1). La tarea fue realizada por FVC S.L. mediante corte por electroerosión por hilo.



Figura 3.1: Barras de sección cuadrada de la aleación CuCrZr “as

3.2. PREPARACIÓN DEL MATERIAL PARA SU ANÁLISIS Y PROCESADO

El material no pudo ser utilizado ni analizado tal y como es recibido del suministrador. Fue necesaria una preparación previa con el fin de eliminar el óxido de la superficie y, en algunos casos, adaptarlo a las dimensiones necesarias para optimizar la forma y cantidad de material empleada durante el ensayo, procesado, y análisis.

Esta preparación consistió básicamente en las fases de corte, embutido, pulido y ataque químico de la superficie, tal y como se detalla a continuación.

3.2.1. CORTE

Las muestras utilizadas en los análisis fueron obtenidas a partir de las barras de sección cuadrada. Para ello se utilizó una cortadora marca STRUERS modelo SECOTOM 10 SN 5030525 (Fig. 3.2). Para el corte se hizo uso de discos de SiC de 150 mm de diámetro y 0,5mm de espesor, especialmente diseñados para aleaciones no ferrosas.



Figura 3.2: Imagen de la cortadora STRUERS modelo Secotom 10 SN5030525.

Esta máquina permite controlar las velocidades de giro y avance del disco. La muestra y el disco de corte están lubricados. Los parámetros seleccionados para la operación de corte fueron una velocidad de giro de 3000 rpm, y una velocidad de avance de 0,02 mm/s. Estas velocidades permitían obtener un corte de calidad sin comprometer en exceso la durabilidad del disco.

Se realizaron cortes de las probetas de CuCrZr antes y después del procesado mediante ECAP para extraer secciones de los planos transversal (X), de flujo (Y) y longitudinal (Z).

Para asegurar unos resultados precisos en el análisis de las propiedades mecánicas, se eliminaron los extremos curvados anterior y posterior de las probetas pasadas por ECAP, dado que la deformación en estas dos partes no es homogénea.

3.2.2. EMBUTIDO

Para facilitar el estudio y manipulación de las muestras, en particular para poderlas pulir y observarlas posteriormente tanto en el microscopio óptico como en el microscopio electrónico de barrido, las probetas cortadas se embutieron en una resina conductora.

La resina conductora se presenta en forma de polvo y se compone fundamentalmente de grafito. En un recipiente cilíndrico, la sección de la muestra se cubre con unos 10-15ml de resina. El conjunto se somete a 290 bar de presión y 185 °C



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

de temperatura durante aproximadamente un minuto. La resina se compacta y la muestra queda en su superficie. En la figura 3.3 se muestra el aspecto de las muestras una vez embutidas.

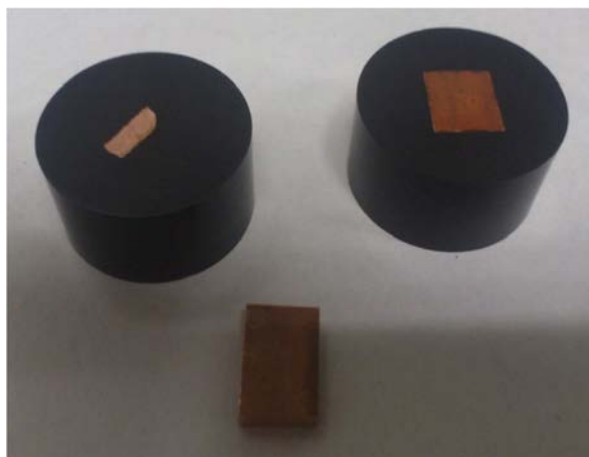


Figura 3.3: Probetas de CuCrZr antes (abajo) y después (arriba) de ser embutidas en resina conductora para su posterior pulido, observación, y análisis de microdureza.

La embutidora utilizada es de la marca BUEHLER modelo Simplimet 1000 SN 682-N1K-02568. Podemos ver una imagen de la misma a continuación:

La embutidora empleada (fig 3.4) fue de la marca BUEHLER modelo Simplimet 1000 SN 682-N1K-02568.



Figura 3.4: Embutidora marca BUEHLER modelo Simplimet 1000 SN 682-N1K-02568.



3.2.3. PULIDO

El pulido es un paso fundamental en la preparación de las muestras para el análisis de la microestructura. El proceso de pulido permite eliminar la contaminación existente en la superficie de la muestra así como su rugosidad.

El pulido se realizó en tres etapas, en las que se utilizaron diferentes materiales de pulido y distintas pulidoras.

1) Etapa de devastación. Esta fase se realizó en una pulidora manual marca STRUERS modelo Knuth-Rotor-3 SN 4910049 (Fig. 3.5). La muestra es sujeta y maniobrada por una persona, que también controla la lubricación (agua).

Se utilizaron lijas de SiC de 600, 800, 1000 y 1200, las cuales se corresponden con unos tamaños de partícula de 26 μm , 19 μm , 15 μm y 12.6 μm , respectivamente. El proceso permite un acabado final superficial en el que, a simple vista, no se aprecia ningún tipo de ralladura.

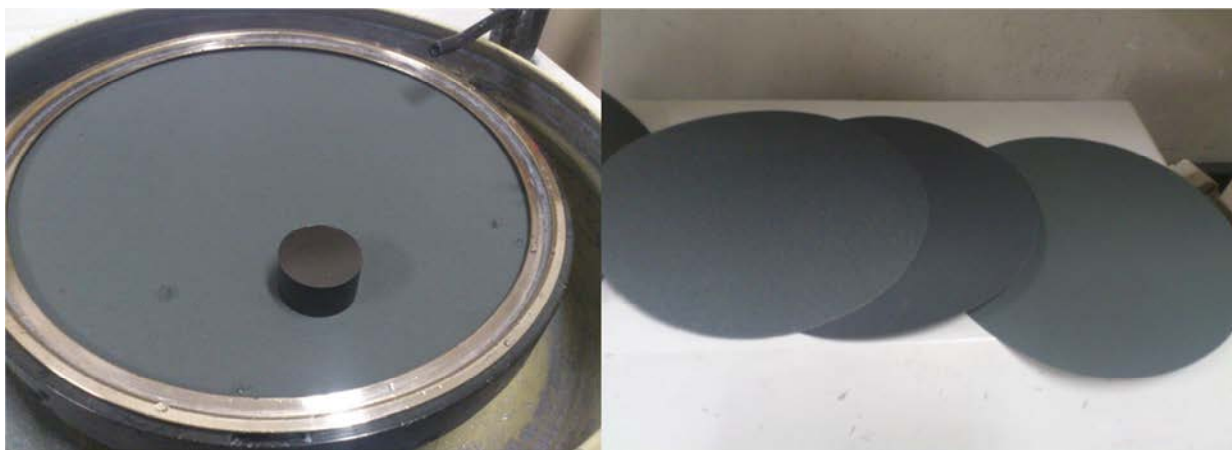


Figura 3.5: Izquierda: imagen de la pulidora manual empleada. Derecha: lijas de SiC de 600, 800, y 1200.

2) Etapa de pulido I. El proceso se realizó en una pulidora automática marca STRUERS modelo TegraPoll5 SN 5520181 (Fig. 3.6). En esta pulidora, el usuario selecciona la velocidad de giro y el tiempo de pulido. El pulido se efectúa sobre un paño en el que se ha extendido una solución de



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

agua y alúmina (Al_2O_3). Se han realizado pulidos con alúmina de tamaños de partícula de 10, 5 y 1 μm .



Figura 3.6: Pulidora automática STRUERS Tegrapol II 5 SN 5520181.

3) Etapa de pulido II. El proceso se llevó a cabo en una pulidora vibradora marca PACE TECHNOLOGIES modelo Giga-0900 Vibratory Polisher SN GiG-0812-010 (Fig. 3.7). Esta es la última fase del pulido que permite obtener una superficie espejo. El pulido se hizo con una disolución de alúmina de 0,05 μm .



Figura 3.7: Pulidora vibradora PACE
TECHNOLOGIES Giga-0900 Vibratory Polisher SN
GIG-0812-010.

Todas las muestras analizadas fueron pulidas siguiendo estas tres etapas.

3.2.4. REVELADO DE LA MICROESTRUCTURA

Para el estudio de la morfología, tamaño y distribución del grano en la aleación de CuCrZr, las probetas, una vez pulidas, se atacaron químicamente con un reactivo. El reactivo, fabricado en el laboratorio, consistió en una mezcla, en volumen, de 50 % ácido acético ($H_4C_2O_2$) y 50 % ácido nítrico (HNO_3). Las probetas se sumergieron en la disolución química durante 2-3 segundos. Tras este tiempo la superficie se encontraba en un estado óptimo para su observación. En un microscopio óptico se observaban nítidamente tanto las fronteras de grano como los precipitados.

3.3. ENSAYO ECAP

EL objetivo de los tratamientos termomecánicos mediante ECAP es el de modificar la microestructura de las muestras, en particular afinar el tamaño de grano e introducir un gran número de dislocaciones, y de esta forma mejorar sus propiedades



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

mecánicas. El material de partida utilizado para este procesamiento fue el material “as received”.

En la imagen presentada en la Fig. 3.8 puede apreciarse una visión general de las instalaciones donde se realizaron los tratamientos termomecánicos ECAP.

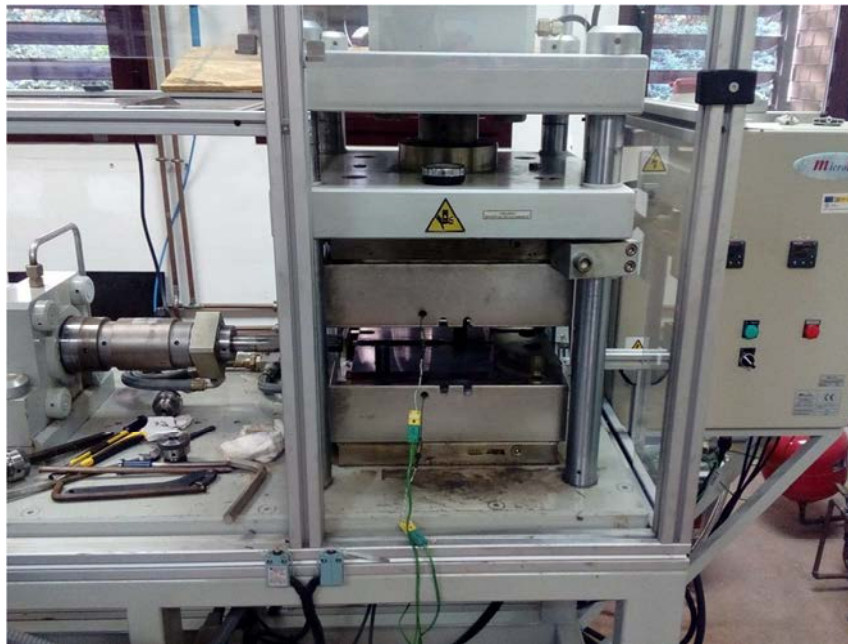


Figura 3.8: Instalación donde se llevó a cabo el tratamiento termomecánico ECAP.

Geometría de la matriz

Las matrices han sido fabricadas a partir de un acero refractario. El sistema está formado por dos matrices (superior e inferior) con la siguiente geometría:

- Ángulo del canal Φ : 120°
- Ángulo de curvatura (arco exterior de la curva del canal) Ψ : 5°
- Longitud del canal de entrada: 189,60 mm
- Longitud del canal de salida: 191,2 mm
- Sección: cuadrada, de lado 12 mm.

Condiciones Generales del Ensayo. Monitorización y control



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

El proceso se realizó a una temperatura de 400 °C. Esta temperatura se encuentra por encima de la temperatura de trabajo del material en ITER. Se decidió esta temperatura por ser suficientemente baja para conseguir un buen refinado del grano y porque a ella no aparecen grietas en las probetas durante el tratamiento.

La temperatura de las matrices se mide mediante un termopar de tipo K. El termopar se compone de dos partes metálicas distintas que se unen en un extremo, en el que se produce una diferencia de potencial proporcional a la temperatura [32].

En la Fig. 3.9 vemos la posición de los termopares en las matrices superior e inferior.



Figura 3.9: Posición del termopar en las matrices superior e inferior.

La probeta es empujada a lo largo del canal por un punzón, el cual es impulsado por un pistón hidráulico (Fig. 3.10).



Figura 3.10: Imagen del punzón impulsado por un pistón hidráulico.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Durante el experimento diferentes parámetros tales como la distancia recorrida por el punzón, velocidad de extrusión y temperatura de las matrices son controlados por ordenador. En la imagen representada en la Fig. 3.11 podemos ver el menú de control de los parámetros durante el experimento de extrusión.

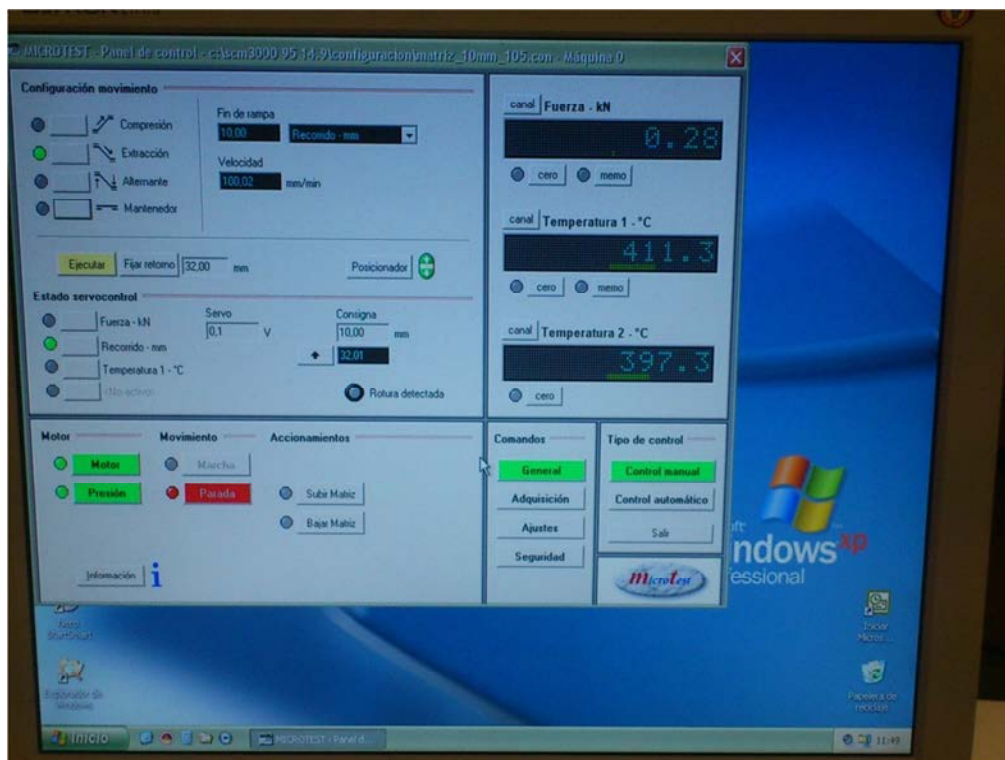


Figura 3.11: Menú de control del ensayo en el que aparecen los parámetros característicos del experimento de extrusión.

Tanto el canal como las muestras fueron lubricados con un aceite sintético especial para altas temperaturas. El objetivo fue reducir al máximo el posible efecto de la fricción de la muestra con el canal.

En la Fig 3.12 se muestra una imagen de la muestra tras el proceso de deformación plástica por ECAP. En la imagen puede observarse que tanto la forma como las dimensiones de la muestra no varían durante el proceso.



Figura 3.12: Imagen de la probeta tras el experimento de deformación plástica por ECAP.

Condiciones Específicas de las Muestras Procesadas

Se procesaron 3 muestras, cada una siguiendo una ruta y bajo condiciones de ensayo diferentes. El procedimiento seguido para cada una de ellas se detalla a continuación:

Muestra 1:

- Temperatura: 400°C.
- Velocidad de extrusión: 20mm/min.
- Número de pasadas: 1.

Muestra 2:

- Temperatura: 400°C.
- Velocidad de extrusión: 20 mm/min para la primera pasada, 100 mm/min para la segunda, y 50 mm/min para la tercera y cuarta pasadas.
- Número de pasadas: 4.
- Ruta: B_C, rotación 90° en sentido antihorario.

Muestra 3:

- Temperatura: 400°C.
- Velocidad de extrusión: 50 mm/min.
- Número de pasadas: 4.
- Ruta: C, rotación 180° en sentido antihorario.



3.4. TRATAMIENTO TÉRMICO

Se realizó un tratamiento térmico de recocido a algunas de las muestras pasadas por ECAP con el objetivo de ver su efecto sobre los precipitados de Cr y Zr. Para evitar que las muestras se contaminaran u oxidaran durante el proceso de recocido, se encapsularon al vacío en cilindros de cuarzo (Fig. 3.13). El tratamiento térmico consistió en un recocido a 600 °C durante 1 hora seguido de un enfriamiento rápido en agua. Durante el recocido tiene lugar la disolución de los precipitados de Cr y Zr en la matriz así como un aumento del tamaño de grano debido a la recrystalización. El enfriamiento rápido permite “congelar” la microestructura alcanzada a 600 °C.



Figura 3.13: Probetas de CuCrZr encapsuladas al vacío en cilindros de cuarzo

3.5. ANÁLISIS DE LA MICROESTRUCTURA

El análisis de la microestructura fue una de las partes fundamentales de este trabajo de investigación. Se estudiaron las muestras antes y después del procesado por ECAP y tras el tratamiento térmico. Las propiedades mecánicas de la aleación están íntimamente relacionadas con la microestructura, de ahí la gran importancia del análisis de la microestructura de las muestras.

El microscopio óptico utilizado es el modelo ECLIPSE ME600L con S/N 441142 de la marca NIKON, que dispone a su vez de una cámara CCD que nos permite obtener imágenes de la muestra con excelente calidad. Las imágenes obtenidas con este microscopio óptico fueron utilizadas para la medición del tamaño de grano, observación de la cantidad y disposición de los precipitados, presencia de maclas y ángulo de desorientación de las fronteras de grano.



Figura 3.14: Microscopio óptico NIKON ME600
SN 441142.

Fundamentos Básicos del SEM

El microscopio electrónico de barrido, SEM (acrónimo en inglés de Scanning Electron Microscope), utiliza un haz de electrones que son generados por un emisor, bien un cañón de emisión de campo, Field Emission Gun o por un filamento de wolframio. El haz es acelerado a través del vacío gracias a una alta diferencia de potencial entre el emisor y la muestra. El haz se enfoca sobre una porción de la superficie de la muestra gracias a una serie de campos magnéticos generados por condensadores o lentes magnéticas. En la Fig. 3.15 se muestra un esquema de un microscopio de barrido.

Por último, una serie de detectores de radiación y captadores de electrones recogerán la información de la interacción del haz incidente con la superficie del material. La información nos permitirá obtener una imagen de la superficie de la muestra en un monitor [33-37].

Podemos ver las partes fundamentales de las que se compone un microscopio en la imagen a continuación, figura 3.15.

En la figura 3.16 se representa esquemáticamente el resultado de la interacción del haz de electrones incidente con la superficie de la muestra [38].

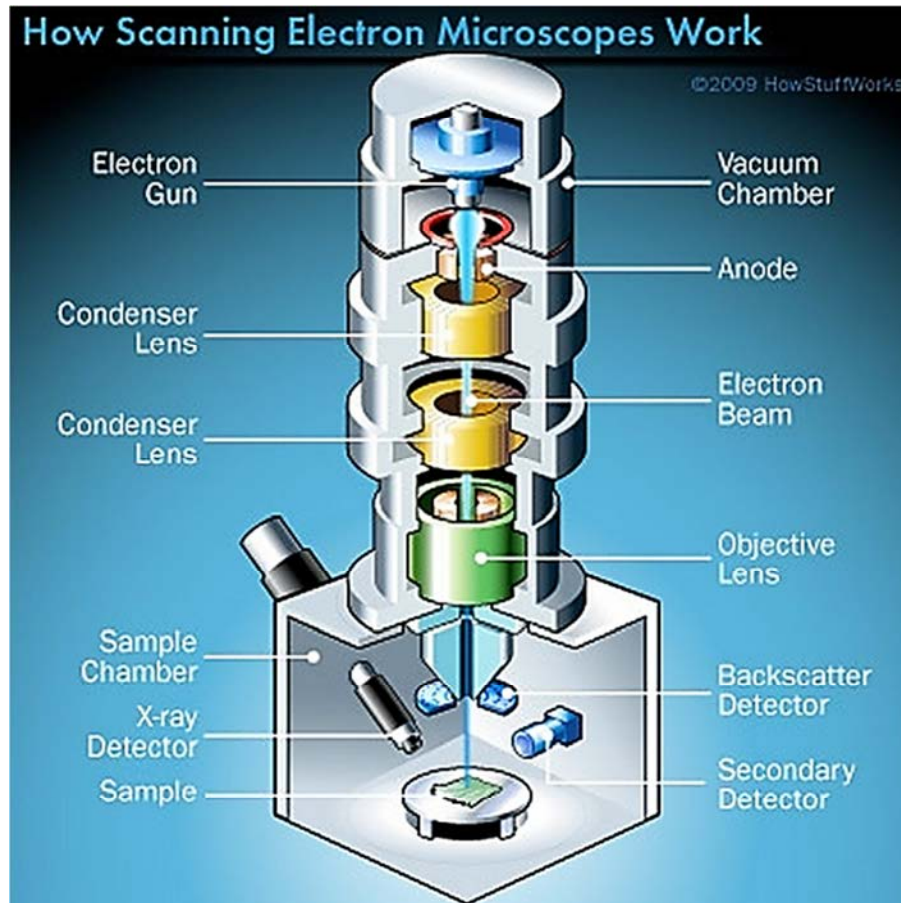


Figura 3.15: Ilustración esquemática de las partes fundamentales de un microscopio electrónico de barrido (SEM) [33].

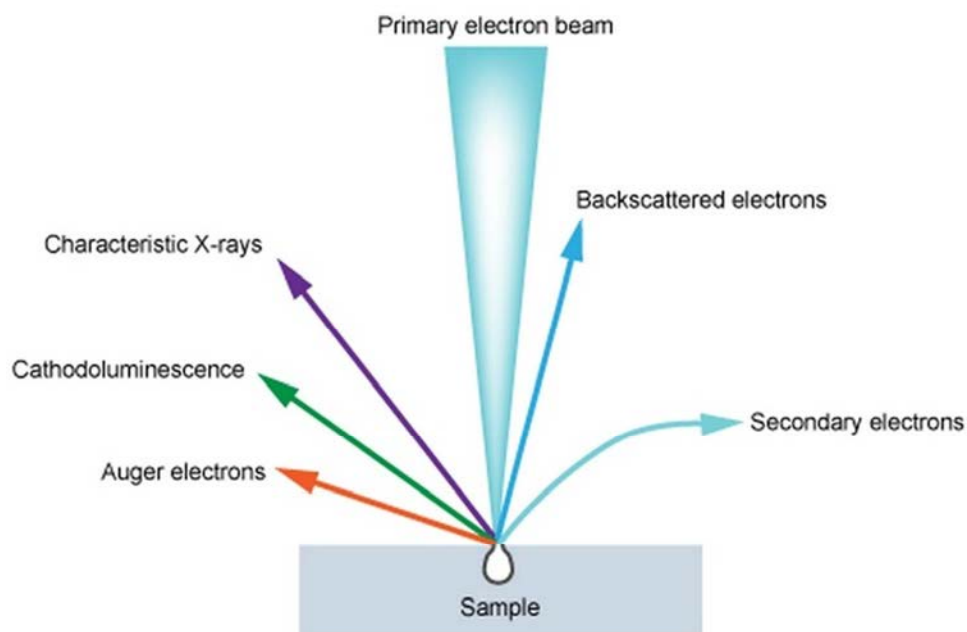


Figura 3.16: Interacción del haz de electrones con la superficie de la muestra.[38]



- **Electrones secundarios** (SE, Secondary Electrons): Proviene de los átomos de la superficie del material. Los electrones incidentes interactúan con los electrones de los átomos del material llegando a extraerlos. Estos electrones son captados por el detector y se denominan electrones secundarios. Su energía es muy pequeña (unas decenas de electrón-voltio) comparada con la energía de los electrones del haz incidente (del orden del kilo-electrón-voltio). Los electrones secundarios permiten obtener una imagen de la muestra, revelando la topografía y morfología de la superficie.
- **Electrones retrodispersados** (BSE, Back Scattered Electrons): Son los electrones del haz incidente que han sido dispersados fuera de la superficie de la muestra. Estos electrones poseen una energía elevada del mismo orden que la energía de los electrones del haz incidente. Con estos electrones es posible reconstruir una imagen de la superficie de la muestra, revelando contrastes en la composición. En nuestro caso, este tipo de imagen permite distinguir los precipitados de Cr y Zr.
- **Fotones:** Esta radiación es generada por la interacción inelástica de los electrones incidentes con los electrones en órbita de los átomos de la superficie de la muestra. Los átomos de la muestra, al desexcitarse emiten una radiación X de frecuencia de onda característica para cada elemento, lo que permite su identificación. A esta radiación hay que añadirle la radiación emitida por el haz incidente al desacelerarse los electrones del haz según van penetrando en la muestra.
- **Electrones auger.** Electrones de los átomos de la muestra que se encontraban en las órbitas más externas. Son arrancados del átomo como consecuencia de la interacción del haz incidente con la muestra.
- **Catodoluminiscencia** (CL, Cathodoluminescence): Fotones emitidos por los átomos de la muestra al desexcitarse con una longitud de onda dentro del espectro de la luz visible [33-37]

La Fig. 3.17 ilustra la región de la muestra de la que provienen las diversas partículas que resultan de la interacción entre el haz incidente y la muestra [38].

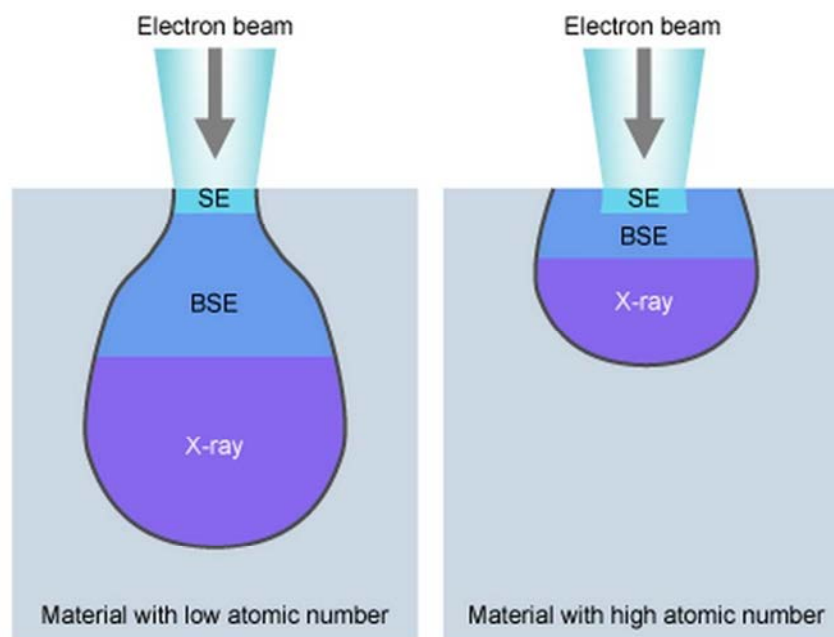


Figura 3.17: Ilustración en la que se ubica la región de procedencia de los electrones secundarios (SE), retrodispersados (BSE) y de la radiación. Ejemplo para materiales de bajo número atómico (izquierda) y materiales de alto número atómico (derecha) [38].

Ventajas y limitaciones del SEM respecto al microscopio óptico

La diferencia más importante entre un microscopio óptico (MO) y un microscopio electrónico de barrido (SEM) es que este último utiliza electrones en lugar de luz para generar una imagen de la superficie de la muestra. Esto hace que con el SEM se obtenga una mayor resolución espacial (50-100 nm) y una mayor magnificación de la muestra (aproximadamente 20X-30000X) [35,36]. El SEM permite visualizar detalles de tamaños tan reducidos (0.1 nm – 10 μ m) que con un microscopio óptico convencional no sería posible. Debemos tener en cuenta que, por fenómenos de difracción en el borde del objetivo, los microscopios ópticos están limitados a tamaños por encima de 1 μ m [34,42].

No obstante, el SEM también tiene limitaciones. En primer lugar la muestra debe ser metálica para que los electrones puedan ser derivados a tierra y la muestra no se cargue, pues ello distorsionará la imagen.

Por otro lado, se aprecia el cambio de morfología por la variación que produce ésta en el número de electrones recogidos por el detector, pero se pierde información vertical, de modo que geometrías salientes pueden apreciarse en la imagen como agujeros oscuros [42]. En la figura 3.18 podemos apreciar cómo se observarían diferentes relieves a través de un microscopio electrónico de barrido.

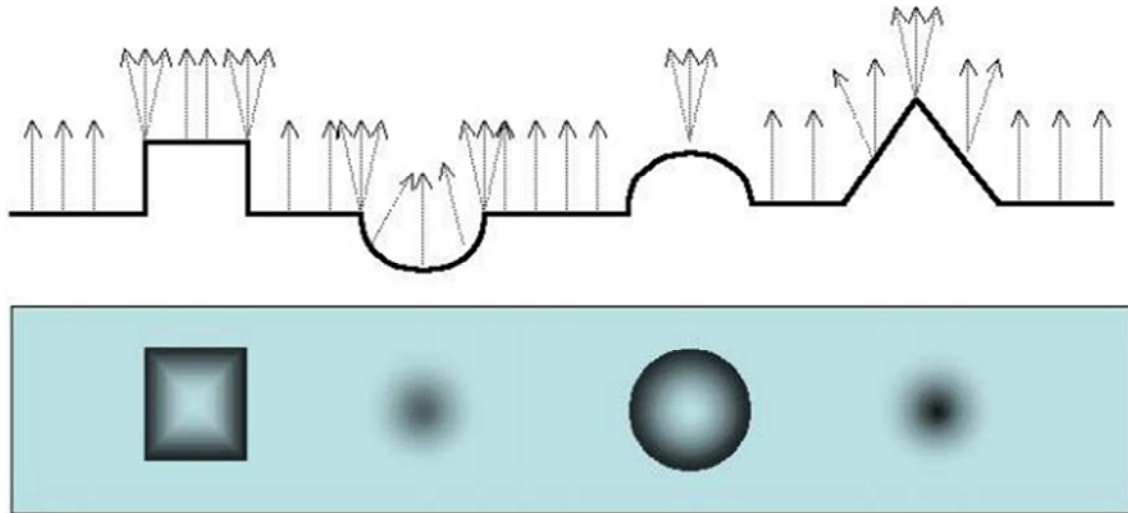


Figura 3.18: Esquema del perfil de una muestra con relieve compuesto de diferentes geometrías y la imagen que presentaría al observarse a través de un SEM [42].

3.6. ENSAYOS DE MICRODUREZA

La microdureza ha sido una de las propiedades mecánicas que se ha estudiado en este trabajo de investigación, la cual está íntimamente relacionada con la microestructura del material [39]. Se realizaron mediciones de las muestras “as received”, tras su deformación mediante ECAP y tras el tratamiento térmico.

Los ensayos para medir la microdureza Vickers fueron llevados a cabo en un microindentador convencional de la marca FUTURE TECH, modelo Microhardness Tester FM100e con S/N FMX2338. En la figura 3.19 se muestra una imagen del mismo.



Figura 3.19: Microindentador FUTURE-TECH modelo Microhardness Tester FM100e, S/N FMX2338.

Se eligió el método Vickers por ser un ensayo no destructivo, por su disponibilidad y porque resulta muy fiable con cargas pequeñas. Esto último permite obtener resultados precisos sin dañar la muestra en profundidad (basta con pulirla un poco para borrar la huella del ensayo y tener nuevamente una superficie perfecta para otros análisis) [39,40].

Como es habitual en el método Vickers, se realizaron varias medidas. El indentador es un diamante de forma piramidal (Fig. 3.20) con base cuadrada. Las cargas que experimentalmente se comprobaron idóneas para el estudio del material fueron de 100 y 300 gramos, 0,1 y 0,3 Kgf respectivamente.

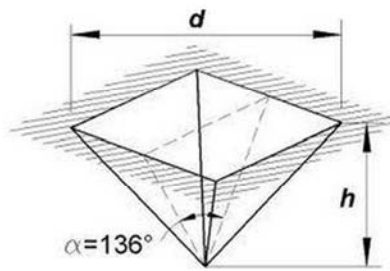


Figura 3.20.: Ilustración del microindentador piramidal empleado para los ensayos de dureza Vickers [39].

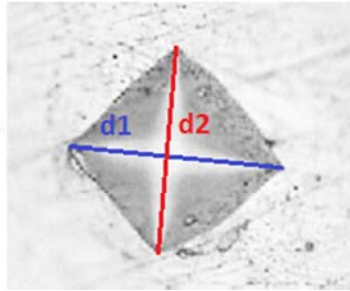


Figura 3.21: Imagen de la huella producida durante el test.

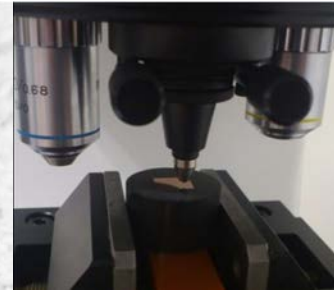


Figura 3.22: Imagen del microindentador durante el ensayo.

Se realizaron un mínimo de 20 medidas en cada probeta. Tras medirse la longitud de las diagonales de la huella generada por el microindentador (Figs. 3.21 y 3.22) se calculó la dureza Vickers por medio de la expresión:

$$HV = \frac{P}{A} = \frac{P}{\frac{d^2}{2 * \sin \frac{\alpha}{2}}} = \frac{2 * P * \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} \quad (8)$$

Para $\alpha = 136^\circ$, la ecuación (8) anterior, se transforma en:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (9)$$

donde:

HV=Dureza Vickers

P= carga (Kgf)

d= media aritmética de las diagonales de la huella (mm)

3.7. ENSAYOS PARA LA OBTENCIÓN DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD

Para la determinación del módulo de Young se utilizó un instrumento diseñado por GRINDOSONIK. Este tipo de medidas son no destructivas. Se realizaron mediciones tanto sobre barras de material “as received” como sobre barras procesadas por ECAP. La normativa seguida fue la E 1876-99



Fundamentos Básicos de la Tecnología Empleada

La gran mayoría de los materiales poseen una propiedad denominada elasticidad, lo que significa que tras aplicar una determinada tensión sobre ellos, se deforman para posteriormente volver a su posición original. Existe una relación entre la tensión aplicada y la deformación elástica basada en la ley de Hooke, expresada como:

$$\frac{\text{Tensión}}{\text{Deformación}} = \text{Constante} = E \quad (10)$$

Siendo E, el módulo elástico o módulo de Young del material.

La tecnología de este aparato se basa en lo que se conoce como técnica de excitación por impulso. Es decir, tras aplicar un ligero impulso mecánico sobre el material al golpearlo con un martillo o impulsor, la muestra se deformará ligeramente y volverá rápidamente a su forma original. En el proceso de recuperación la muestra se comporta como un muelle (spring mass), vibrando con una frecuencia determinada. Esta frecuencia de vibración dependerá de la masa del objeto y su rigidez, que dependerá a su vez de la forma, tamaño, y módulo elástico del material [41].

En la siguiente imagen (Fig. 3.23) podemos visualizar las partes más importantes que componen este instrumento de medición:



Figura 3.23: instrumento de la marca GRINDOSONIC para la medición no destructiva de las propiedades elásticas de los materiales.

La frecuencia de los modos de vibración dominantes se mide con un sensor piezoeléctrico o un micrófono. Esta frecuencia está relacionada con el valor de su módulo elástico, tal y como se describirá a continuación.

Procedimiento Experimental

Los pasos a seguir para la obtención de la frecuencia natural de vibración, y por tanto del módulo elástico longitudinal y de cizalladura del material, son los siguientes:

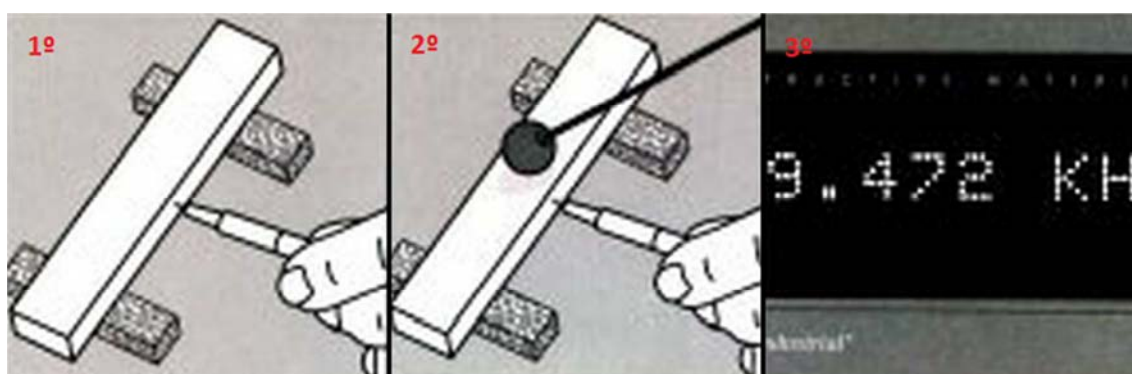


Figura 3.24: Pasos a seguir para la medición de las propiedades elásticas del material utilizando el instrumento de medida GRINDOSONIC: 1º) Posicionar el medidor de frecuencia, 2º) Generar un impulso mecánico, 3º) Lectura de la frecuencia en la pantalla del dispositivo [41].

1º) Se posiciona el medidor de frecuencia. Este puede ser un detector piezoeléctrico o un micrófono, que ha sido el dispositivo utilizado en este trabajo.

Este medidor se posiciona de diferente forma en función del parámetro que se desea medir, módulo elástico en flexión o módulo de cizalladura.

- Frecuencia transversal o frecuencia fundamental de vibración a flexión: Para la obtención del módulo elástico en flexión.

El material se sustenta sobre dos puntos de apoyo delgados y rígidos transversales a $0,224L$ de cada uno de los extremos de la muestra, siendo L la longitud de la barra. El detector o medidor de frecuencia de vibración se sitúa en una de las caras laterales (perpendicular a la cara de impacto) a $0,5L$. El impacto o impulso mecánico se realiza también a $0,5L$ pero en la cara superior.

El dispositivo experimental se muestra en la Fig. 3.25.

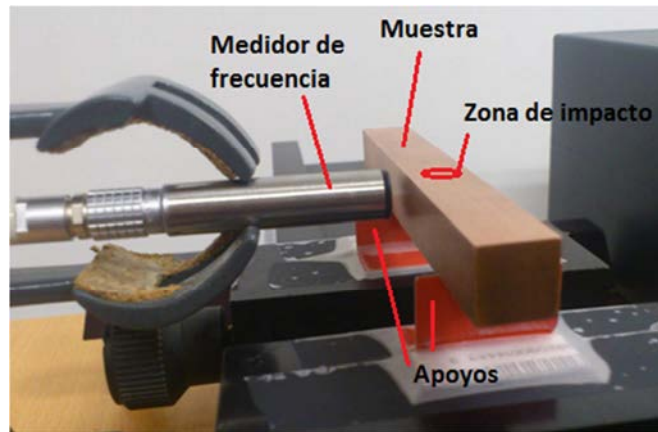


Figura 3.25: Dispositivo experimental para la medición de la frecuencia transversal (obtención del módulo elástico en flexión).

- Frecuencia de Torsión o frecuencia fundamental de vibración a torsión: Para la obtención del módulo de cizalladura o módulo de elasticidad transversal.

La muestra en este caso debe sustentarse sobre dos puntos de apoyo (delgados y rígidos), centrados en la pieza (el centro de dichos apoyos debe estar a $0,5L$), uno colocado longitudinalmente y otro transversalmente, de modo que quedan formando una cruz. El medidor de frecuencia apunta hacia la cara superior de la muestra y se sitúa a $0,224L$ de un extremo y a $\frac{1}{4}$ de su anchura. El impulso se aplica a aproximadamente $0,224L$ del otro extremo de la muestra, y también a $\frac{1}{4}$ de su anchura, pero en el lado opuesto. El impacto se ejercerá igualmente en la cara superior. La Fig. 3.26 muestra el dispositivo experimental.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

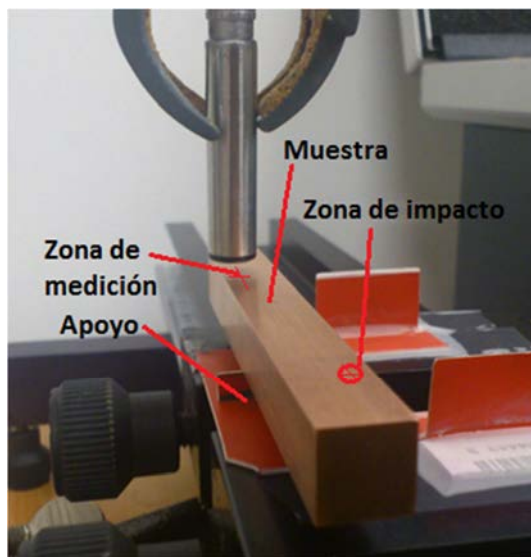


Figura 3.26: Imagen del ensayo no destructivo con el instrumento GRINDOSONIC para la medición de la frecuencia de torsión (obtención del módulo elástico transversal).

2º) Se genera un ligero impulso mecánico golpeando la barra en los puntos indicados anteriormente (Figs 3.25 y 3.26) con un martillo. El instrumento viene con varios martillos y se seleccionará para el ensayo aquél que, experimentalmente, tras varias pruebas, de un valor más repetitivo de la frecuencia.

3º) Lectura de la frecuencia en la pantalla. Se mostrará en Hz o KHz. En la Fig. 3.27 podemos apreciar cómo se presenta el resultado de la frecuencia fundamental de vibración en la pantalla del dispositivo.



Figura 3.27: Presentación del resultado en la pantalla del dispositivo GRINDOSONIC.



Relación Entre la Frecuencia Fundamental de Vibración y el Módulo Elástico

A continuación, se presentan las expresiones que permiten obtener los valores del módulo elástico (E) y del módulo de cizalladura (G), a partir de la frecuencia fundamental de vibración en flexión y en torsión respectivamente, y de las dimensiones de la muestra.

Expresión del módulo de Young o módulo elástico E:

$$E = 0,9465 * \left(\frac{m * f_f^2}{b} \right) * \left(\frac{L^3}{t^3} \right) * T_1 \quad (11)$$

donde:

E= Módulo de Young

m= Masa de la barra (gr)

f_f = Frecuencia transversal (Hz)

b = el ancho de la barra (mm)

L = Longitud de la barra (mm)

t = Espesor (mm)

T_1 = coeficiente de corrección que se expresa en la siguiente ecuación:

$$T_1 = 1 + 6,585 * (1 + 0,0752 * \mu + 0,8109 * \mu^2) * \left(\frac{t}{L} \right)^2 - 0,868 * \left(\frac{t}{L} \right)^4 - \frac{\left[8,340 * (1 + 0,203 * \mu + 2,173 * \mu^2) * \left(\frac{t}{L} \right)^4 \right]}{\left[1 + 6,338 * (1 + 0,1408 * \mu + 1,536 * \mu^2) * \left(\frac{t}{L} \right)^2 \right]} \quad (12)$$

Donde μ es el coeficiente de Poisson.

Expresión del módulo de cizalladura G:

$$G = \left[\frac{4 * L * m * f_t^2}{b * t} \right] * \left[\frac{B}{1 + A} \right] \quad (13)$$

Donde f_t es la frecuencia de torsional (Hz), A y B son dos coeficientes cuyo valor se obtiene de las siguientes expresiones:



$$A = \frac{\left[0,5062 - 0,8776 * \left(\frac{b}{t} \right) + 0,3504 * \left(\frac{b}{t} \right)^2 - 0,0078 * \left(\frac{b}{t} \right)^3 \right]}{\left[12,03 * \left(\frac{b}{t} \right) + 9,892 \left(\frac{b}{t} \right)^2 \right]} \quad (14)$$

$$B = \frac{\left[\left(\frac{b}{t} \right) + \left(\frac{t}{b} \right) \right]}{\left[4 * \left(\frac{t}{b} \right) - 2,52 * \left(\frac{t}{b} \right)^2 + 0,21 * \left(\frac{t}{b} \right)^6 \right]} \quad (15)$$

Expresión del coeficiente de Poisson:

Se puede obtener el coeficiente de Poisson a partir de E y G mediante la expresión:

$$\mu = \left(\frac{E}{2 * G} \right) - 1 \quad (16)$$

Procedimiento de Cálculo

El procedimiento de Cálculo para la obtención del módulo elástico E, módulo de cizalladura G, y coeficiente de Poisson μ del material se detalla a continuación de acuerdo con las indicaciones del fabricante del dispositivo y siguiendo la normativa E 1876-99.

1º) Obtener un valor medio de la frecuencia transversal tras un mínimo de 8-10 mediciones.

2º) Suponiendo un coeficiente de Poisson $\mu = 0,3$, introducir los valores de las variables relacionadas con la geometría de la muestra en la Ec.12 para, una vez obtenido el valor de T_1 , calcular el módulo elástico E de acuerdo con la expresión de la Ec. 11.

3º) Obtener un valor medio de la frecuencia de torsión tras un mínimo de 5 medidas.

4º) Introducir los valores de la geometría de la muestra en las Ecs.14 y 15 y calcular A y B. Introduciendo los valores de A y B en la Ec.13 se obtiene el valor del módulo de cizalladura G.

5º) A partir de los valores obtenidos para E y G, calcular el coeficiente de Poisson μ mediante la Ec.16.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

6º) Si la diferencia entre este último valor de μ y el valor inicial es superior al 2%, volvemos a empezar introduciendo ahora este último valor del coeficiente de Poisson como valor inicial para el cálculo de T_1 y E, en las Ecs. 12 y 11, respectivamente.

7º) Repetimos los pasos 5º y 6º hasta que la diferencia entre el valor inicial y final del coeficiente de Poisson μ no supere el 2%, y entonces, esos serán los valores válidos del módulo elástico E y del módulo de cizalladura G.



CAPÍTULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS MISMO

4.1. MICROESTRUCTURA

En este apartado se expondrán y analizarán los aspectos más importantes de la microestructura observada para las muestras “as received”, procesadas por ECAP (1 pasada, 4 pasadas ruta BC, y 4 pasadas ruta C) y tratadas térmicamente (recocidas).

Se prestará especial atención a la forma y tamaño del grano, a la presencia de bandas de deslizamiento, y a la distribución de los precipitados en las sucesivas etapas de procesado.

El tamaño de grano se ha estimado mediante el método de las intersecciones. Para que las conclusiones de este estudio pudieran sustentarse firmemente, y con mayor peso en las variaciones del tamaño de grano, sería necesario un análisis mucho más preciso y exhaustivo, como por ejemplo el análisis computacional de las imágenes obtenidas mediante la técnica de EBSD (Electron BackScatering Difrraction).

En lo que se refiere a las imágenes de microscopía electrónica de barrido y de microscopía óptica que se presentan, fueron obtenidas de muestras previamente cortadas, embutidas, pulidas, y atacadas químicamente con una disolución de ácido acético y ácido nítrico al 50%.

4.1.1. AS RECEIVED

Antes de determinar el efecto del proceso de deformación plástica severa inducido sobre las muestras, fue necesario estudiar detenidamente la microestructura inicial de las barras de CuCrZr “as received”.



Figura 4.1: Ilustración esquemática del criterio de designación de los planos/caras de la muestra. El plano longitudinal (X) es perpendicular a la dirección de extrusión de la barra y el plano longitudinal (Z) es el que está en contacto directo con la curvatura del canal.

PLANO TRANSVERSAL (X)

La siguiente ilustración es una imagen obtenida con el microscopio óptico del plano transversal de una de las muestras de CuCrZr “as received”.

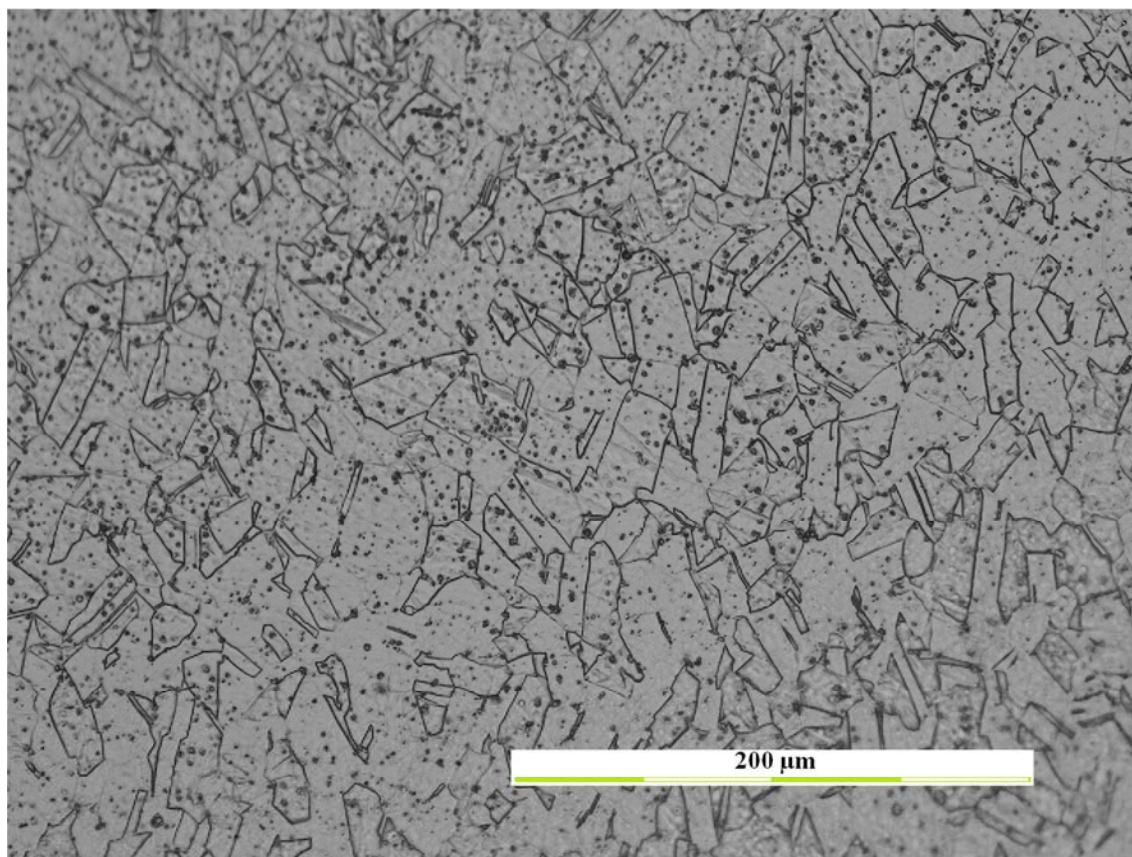


Figura 4.2: Imagen del plano transversal de CuCrZr “as received” adquirida con el microscopio óptico.

Según la Fig. 4.2, los granos no presentan una dirección de crecimiento preferente. El tamaño de grano medio es de $12,9\ \mu\text{m}$. Por otro lado se observa la presencia de maclas. Las barras han sido extruidas durante el proceso de fabricación. Dado que las maclas sólo se forman en metales que han sufrido previamente una deformación previa por deslizamiento [44], las maclas observadas en la figura han debido formarse durante el proceso de fabricación. Asimismo, puede verse una abundante cantidad de precipitados (puntos de color oscuro en la imagen) uniformemente distribuidos.

En la Fig. 4.3, tomada a mayores aumentos, puede observarse la forma y distribución de los precipitados con mayor detalle.

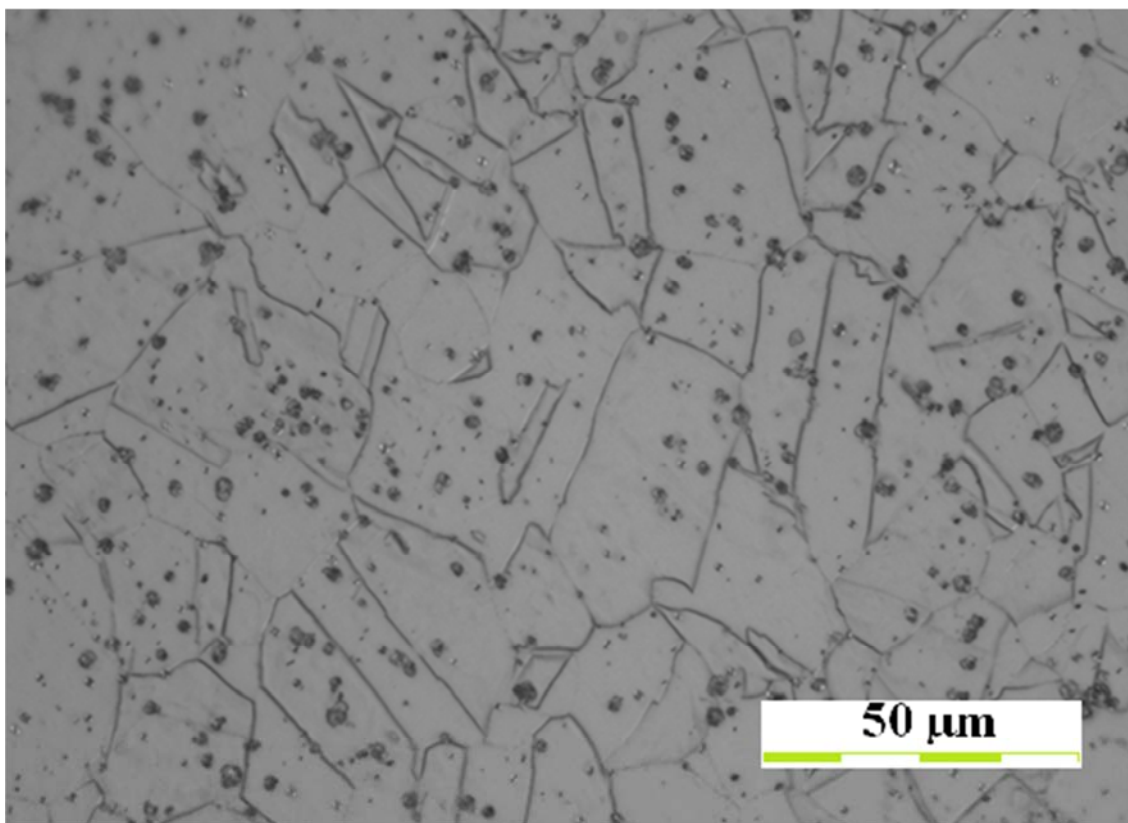


Figura 4.3: Imagen del microscopio óptico del plano transversal (X) de la muestra “as received”.

Según la Fig. 4.3 los precipitados se encuentran tanto en el interior del grano como en las fronteras y su forma es predominantemente esférica.

La microestructura del plano transversal también fue analizada mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM). A continuación se muestran imágenes de la misma superficie del material utilizando electrones secundarios, para revelar el relieve, Fig. 4.4a (izquierda) y con electrones retrodispersados, Fig. 4.4b, para apreciar mejor el contraste de fase.

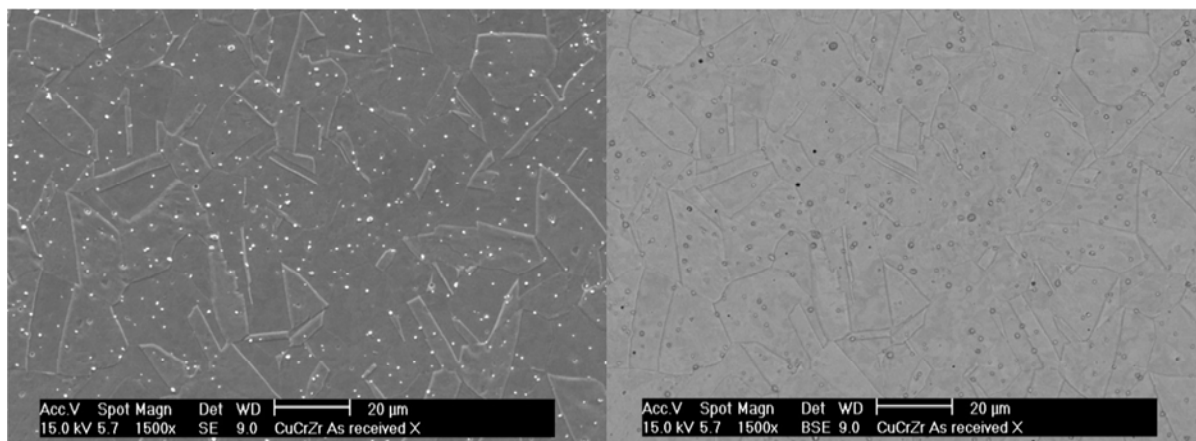
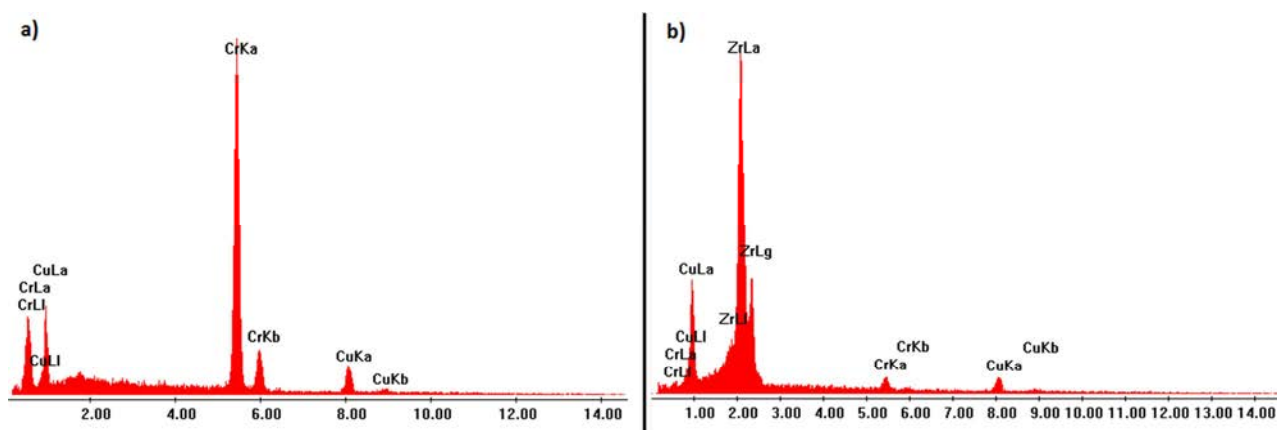


Figura 4.4: Imágenes SEM del plano transversal (X) de la muestra “as received”. Obtenidas con electrones secundarios (a) y con electrones retrodispersados (b).

Las imágenes SEM confirman los resultados observados en el microscopio óptico: un reparto regular de los precipitados y una forma aproximadamente esférica. También se ha realizado un estudio de la composición mediante EDS para identificar la composición de los diferentes precipitados. Los espectros obtenidos se presentan en la Fig. 4.5:



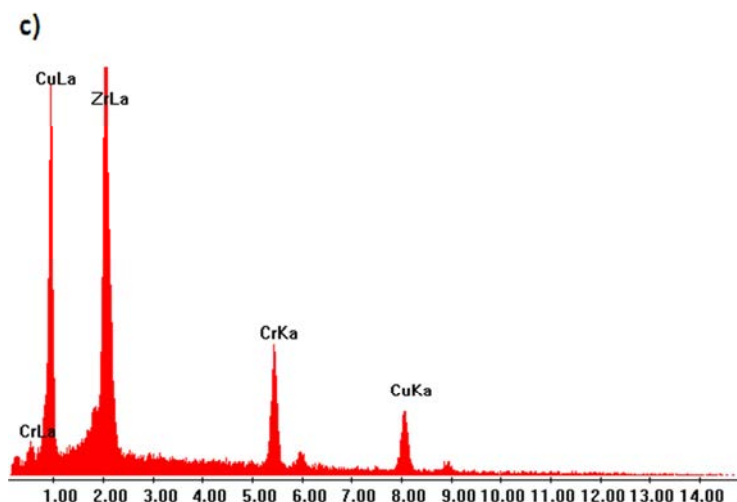


Figura 4.5: Espectros EDS de diferentes precipitados, indicados en la Fig.4.6. (a) Precipitado de Cr. (b) Precipitado de Zr. (c) Precipitado de CrZr.

Los espectros EDS han sido obtenidos de los precipitados indicados en la Fig. 4.6. Los precipitados de color muy oscuro son partículas de circonio (Zr), los de color más claro son de cromo (Cr), y los grisáceos son compuestos intermetálicos de CrZr.

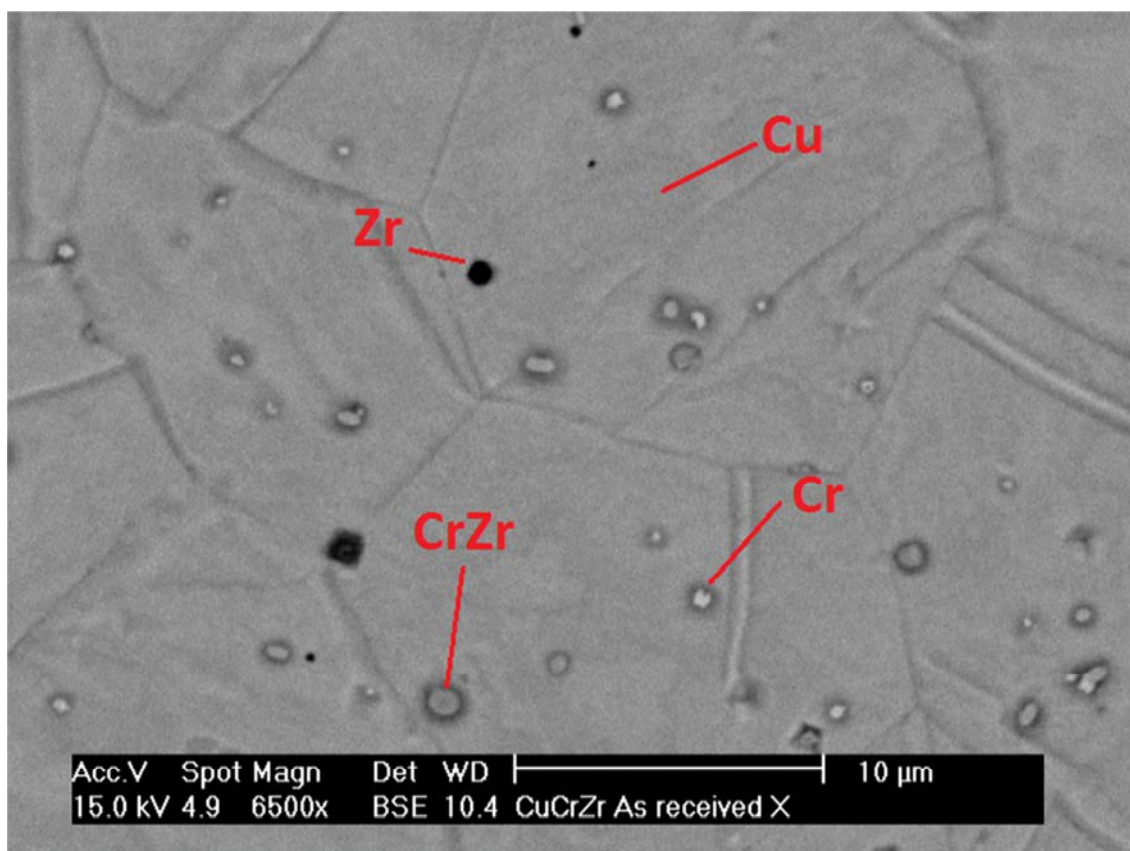


Figura 4.6: Imagen SEM obtenida mediante electrones retrodispersados. En la imagen se indica la naturaleza de algunos de los precipitados obseados.



PLANO DE FLUJO (Y)

En la Fig. 4.7 se muestra una imagen obtenida mediante microscopía óptica del plano de flujo (Y). En la imagen se observa que los granos están ligeramente alargados a lo largo de una dirección preferencial, la dirección paralela a la del plano de flujo (dirección vertical en la imagen).

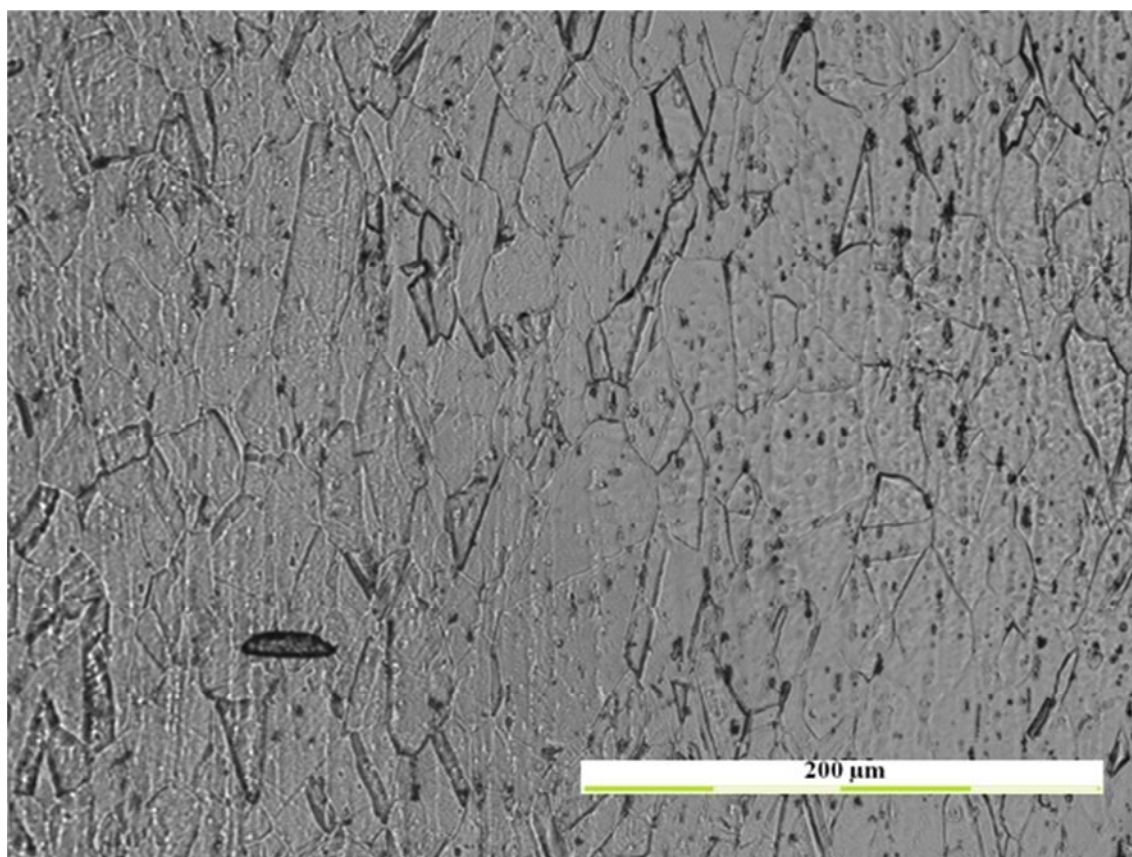


Figura 4.7: Imagen obtenida mediante el microscopio óptico del plano de flujo (Y) de la muestra “as received”.

El tamaño medio de grano es de 17 μm . La distribución macroscópica de los precipitados sigue siendo homogénea. Al igual que ocurría en el plano transversal, en este plano también se observa la presencia abundante de maclas.

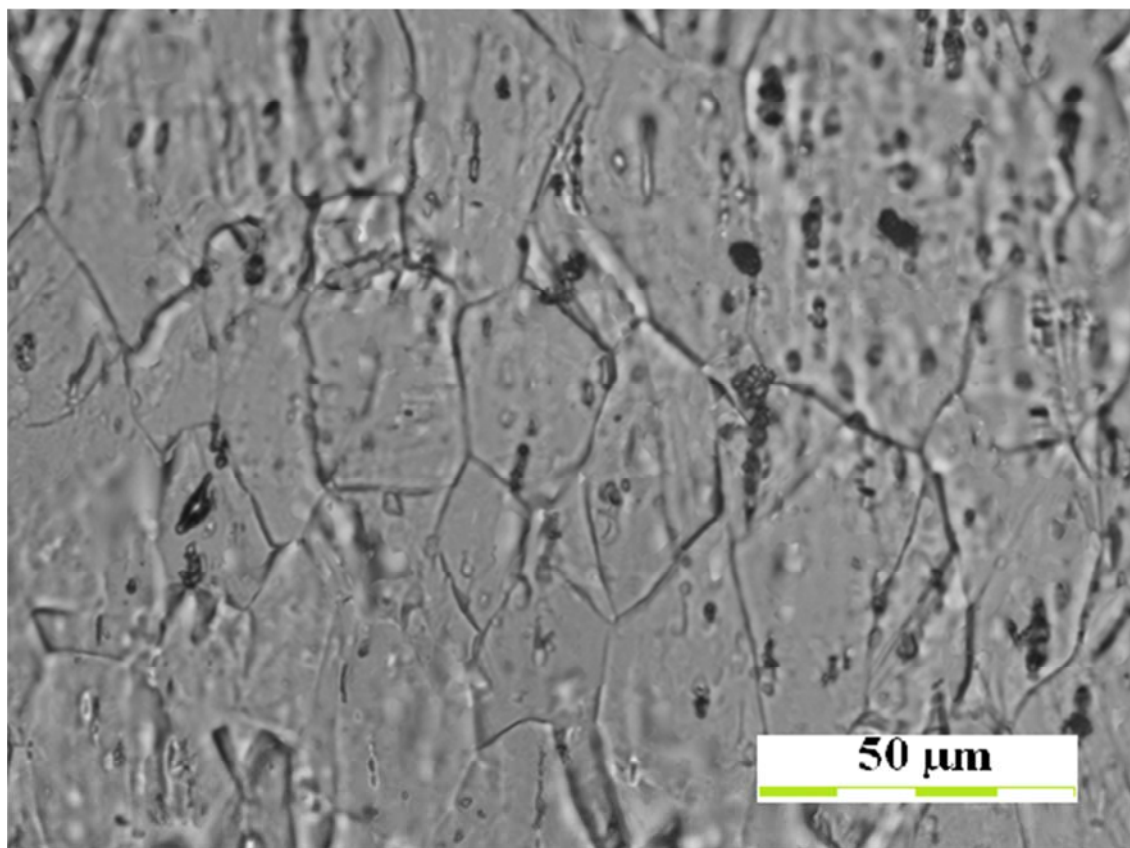


Figura 4.8: Imagen del microscopio óptico (50X) del plano de flujo (Y) de la muestra “as received”.

La figura 4.8, que representa a una zona de la muestra más pequeña (mayores aumentos), permite apreciar que los precipitados tienen fundamentalmente dos formas, una esférica otra alargada. En la Fig. 4.9 se representa una imagen obtenida mediante SEM con una resolución similar. Los análisis realizados en los precipitados mediante EDS han revelado que los precipitados esféricos (más oscuros en la imagen) corresponden con partículas de Zr y que Los precipitados con forma alargada (color claro en la imagen) se corresponden con CrZr. Los precipitados más grandes de forma alargada (color gris en la imagen) son de Cr.

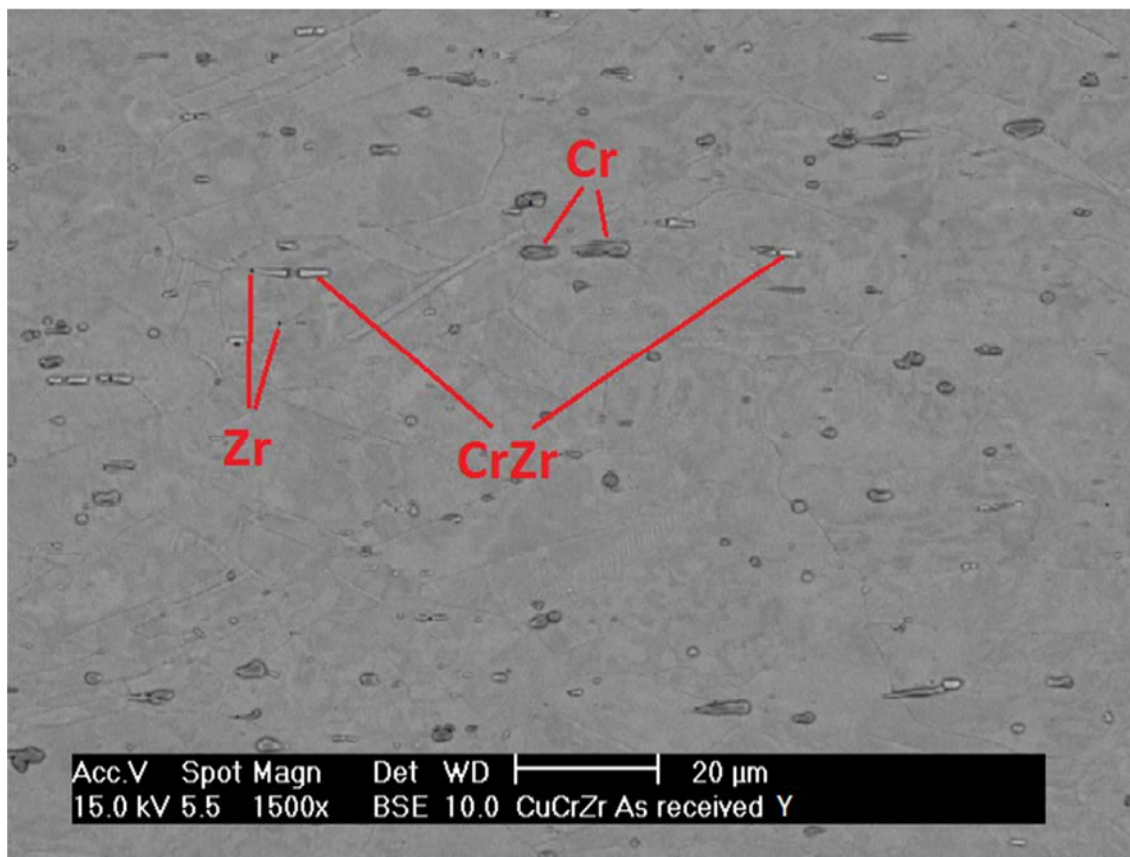


Figura 4.9: Imagen SEM del plano de flujo (Y) de la muestra “as received” obtenida con electrones retrodispersados. Los diferentes tipos de precipitados están identificados en la imagen.

PLANO LONGITUDINAL (Z)

El plano longitudinal (Z) es el plano que estará en contacto con la curva de la matriz durante el procesado por ECAP. Como puede apreciarse en la Fig. 4.10, en esta cara los granos presentan una forma más equiaxial que en el plano de flujo; no obstante, parece que existe una ligera tendencia a alargarse a lo largo de una cierta dirección. Como en los otros planos, se observa la presencia de numerosas maclas. En lo que se refiere al tamaño de grano, el valor medio obtenido ha sido de 16,3 μm .

En la Fig. 4.11 se muestra una imagen tomada a mayores aumentos. En ella puede observarse que hay precipitados de forma esférica y también de forma alargada. Los precipitados están uniformemente distribuidos y pueden encontrarse tanto en el interior de los granos como en las fronteras de grano.

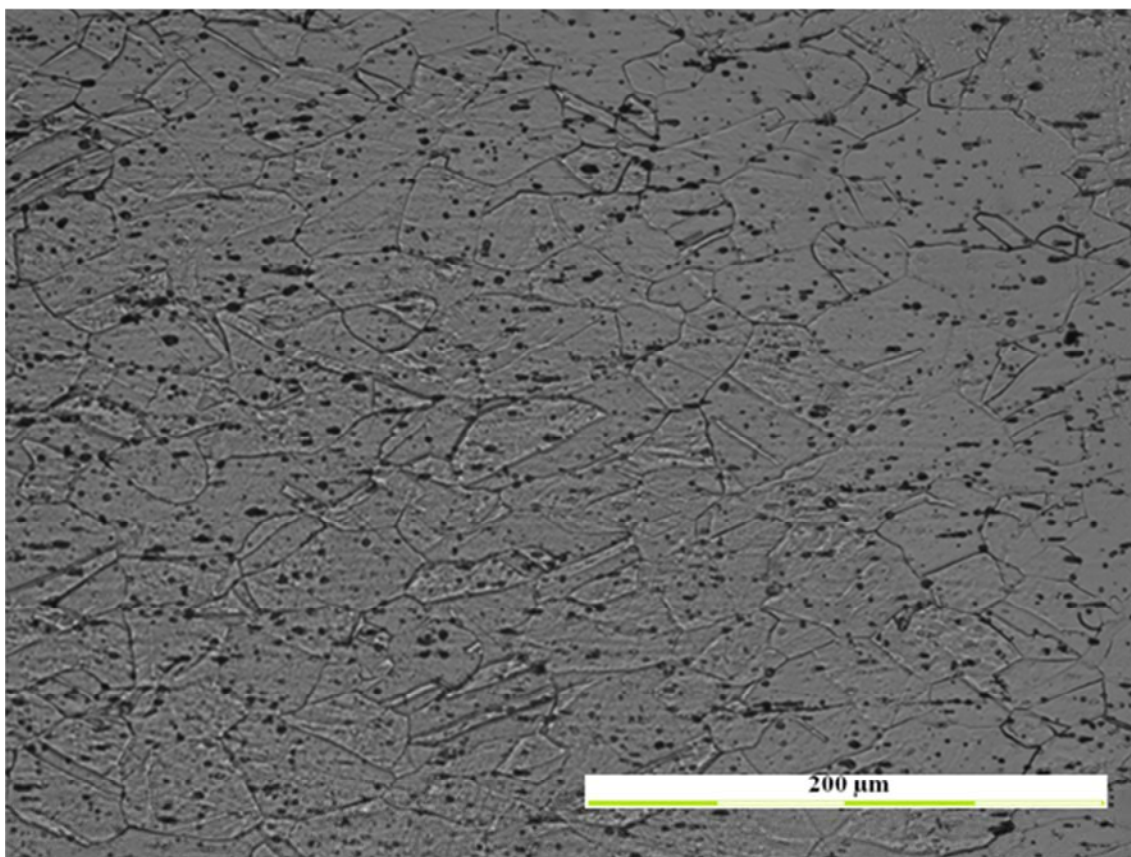


Figura 4.10: Imagen del microscopio óptico del plano longitudinal (Z) de la muestra “as received”.

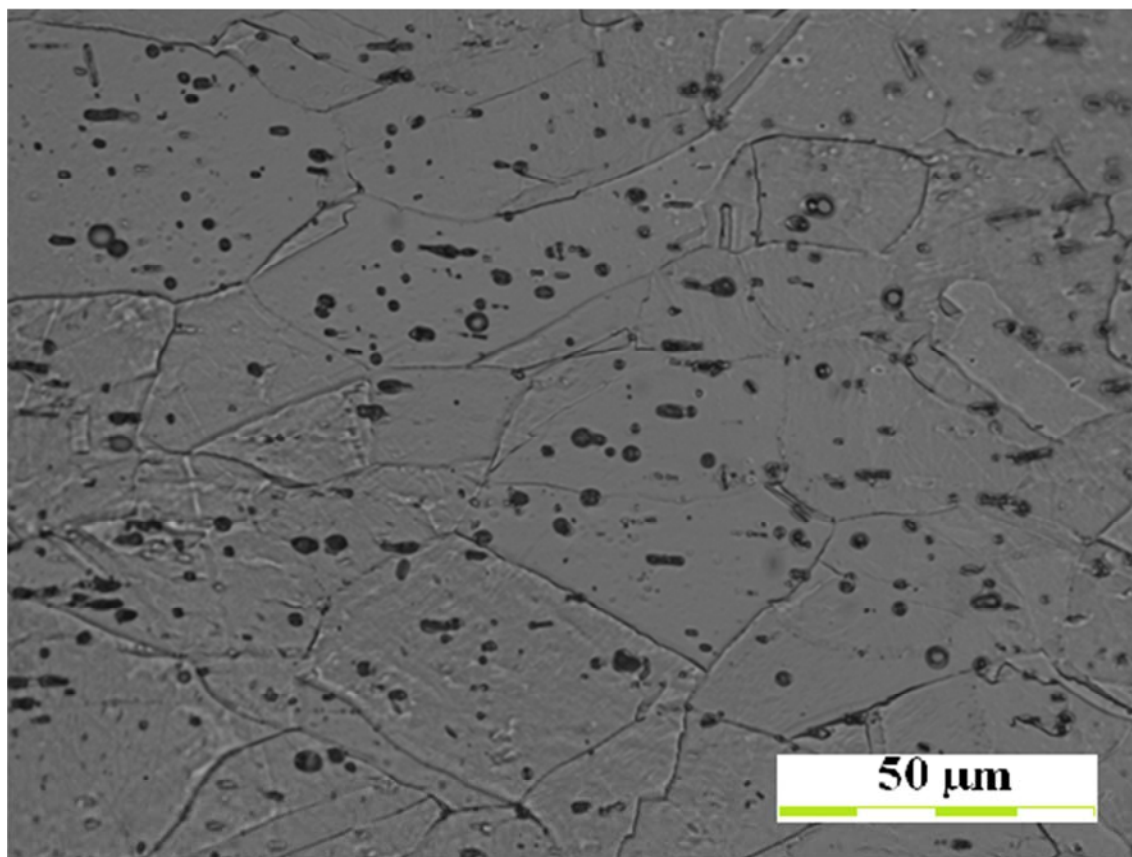


Figura 4.11: Imagen del microscopio óptico del plano longitudinal (Z) de la muestra “as received”.

En la Fig. 4.12 se presenta una imagen SEM obtenida mediante electrones retrodispersados. En la imagen se observa que el contraste de los precipitados es diferente, indicando que hay precipitados con diferentes composiciones. El análisis de composición de los precipitados efectuado mediante EDS ha confirmado lo observado en los otros dos planos: los precipitados de Zr (contraste oscuro) son muy pequeños, los precipitados de CrZr (contraste claro) tiene una forma alargada y los precipitados de Cr (color gris en la imagen) tiene una forma alargada.

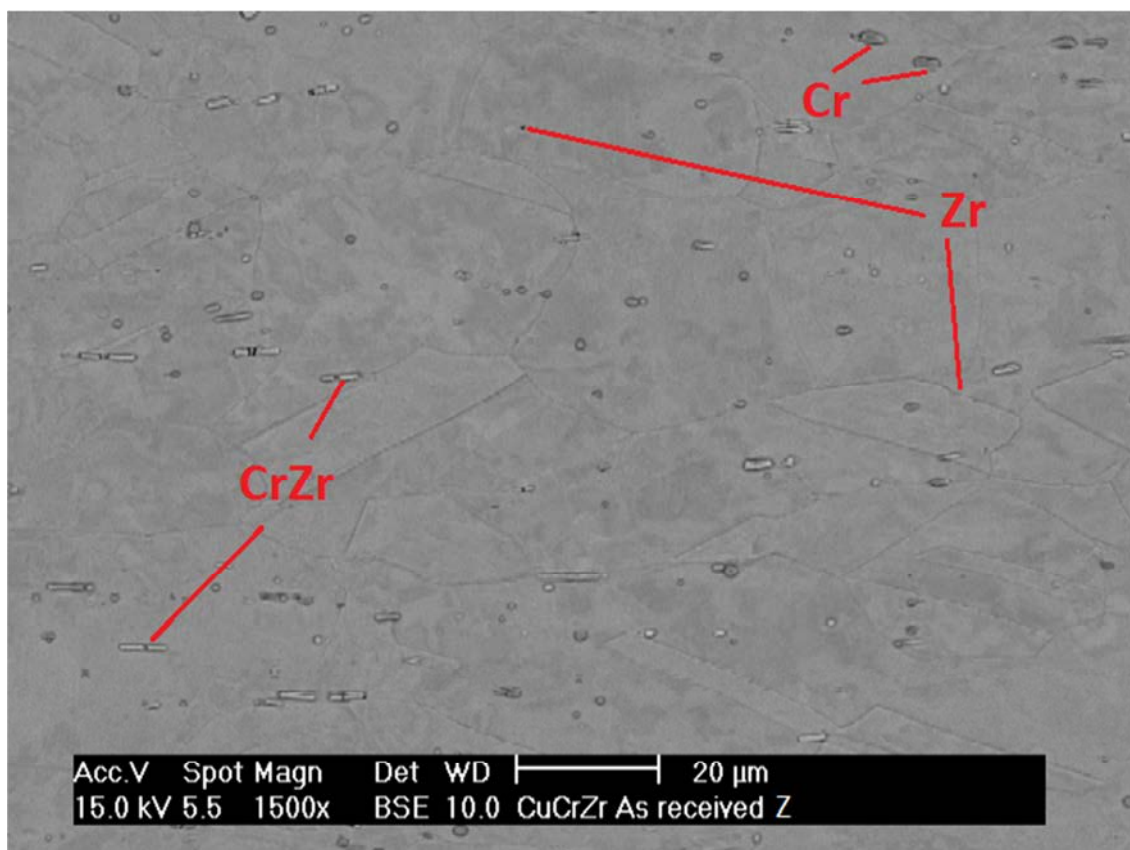


Figura 4.12: Imagen SEM del plano longitudinal (Z) de la muestra “as received” obtenida mediante electrones retrodispersados. En la imagen se identifican los diferentes precipitados que se han observado.

4.1.2. ECAP

Se utilizaron tres muestras para los tratamientos termomecánicos ECAP. Las muestras se denotan como muestra 1, 2 y 3. Los tratamientos efectuados a cada una de ellas se especifican a continuación:

- Muestra 1: 1 Pasada (N=1).
- Muestra 2: 4 Pasadas (N=4), ruta BC.
- Muestra 3: 4 Pasadas (N=4), ruta C.

En este apartado se describe la microestructura de las diversas muestras y se analizarán los cambios producidos por el tratamiento ECAP en la microestructura.

1 PASADA



1 PASADA – PLANO TRANSVERSAL (X)

En la Fig. 4.13 se muestra una imagen de microscopía óptica del plano transversal de la muestra 1 tras una pasada. Como puede apreciarse en la imagen, los granos no parece que se hayan alargado en una determinada dirección, y mantienen una estructura equiaxial. Sin embargo se observan numerosas maclas, las cuales se han originado como consecuencia de la gran deformación producida por el proceso ECAP.

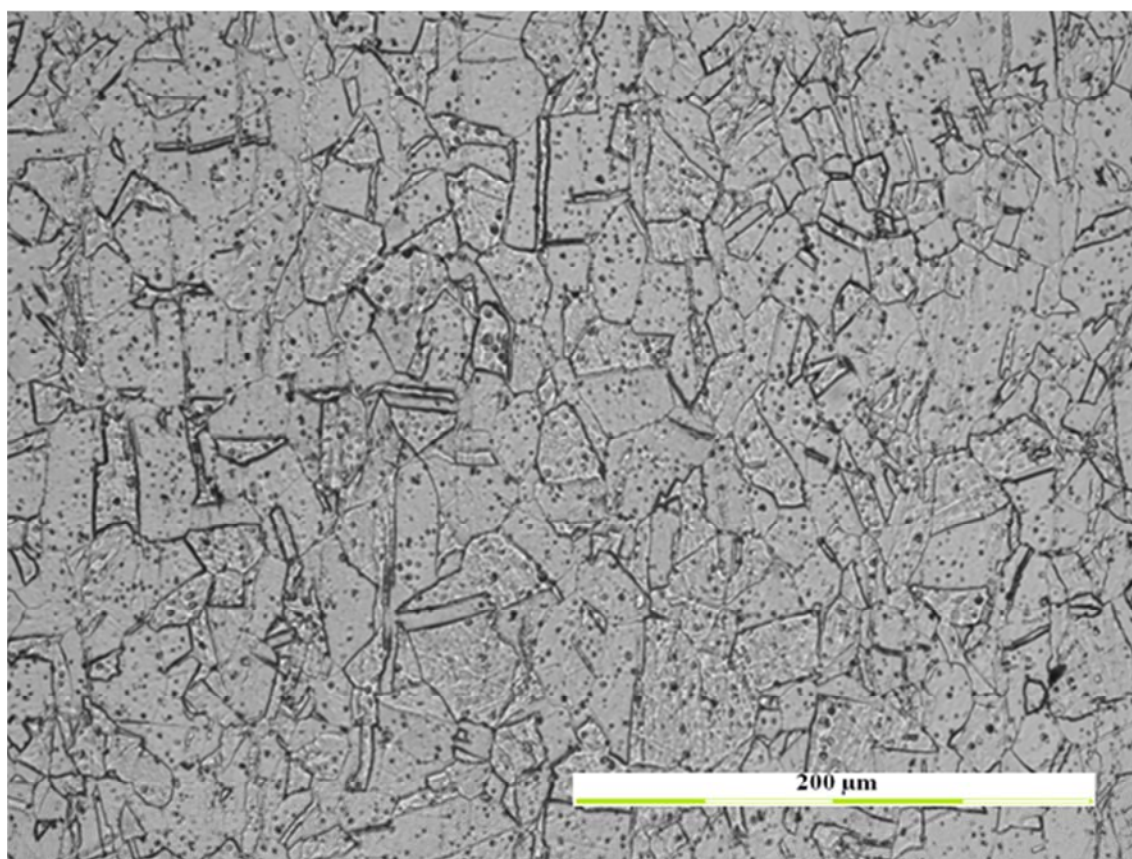


Figura 4.13: Imagen del microscopio óptico del plano transversal (X) de la muestra 1 procesada por ECAP, 1 pasada.

Otro de los aspectos llamativos de esta imagen es la aparición en este plano transversal de bandas de deslizamiento producidas por el plano de cizalla que actúa sobre la muestra a su paso por la curvatura del canal. Estas bandas de corte tienen una longitud equivalente a 3 a 4 granos. El valor medio del tamaño de grano es de $19,1 \mu\text{m}$. Este tamaño es superior al observado en el mismo plano de la muestra sin tratamiento ECAP, $12,9 \mu\text{m}$. En principio era esperable una reducción del tamaño de grano. Debe tenerse en cuenta que solamente se ha realizado una pasada, por lo que el refinamiento de la microestructura aún no es importante. Por otro lado, la temperatura a la que se ha llevado a cabo el proceso ECAP, 400°C , es relativamente



alta, por lo que puede tener lugar un proceso de recrystalización y, por consiguiente, formación y crecimiento de nuevos granos.

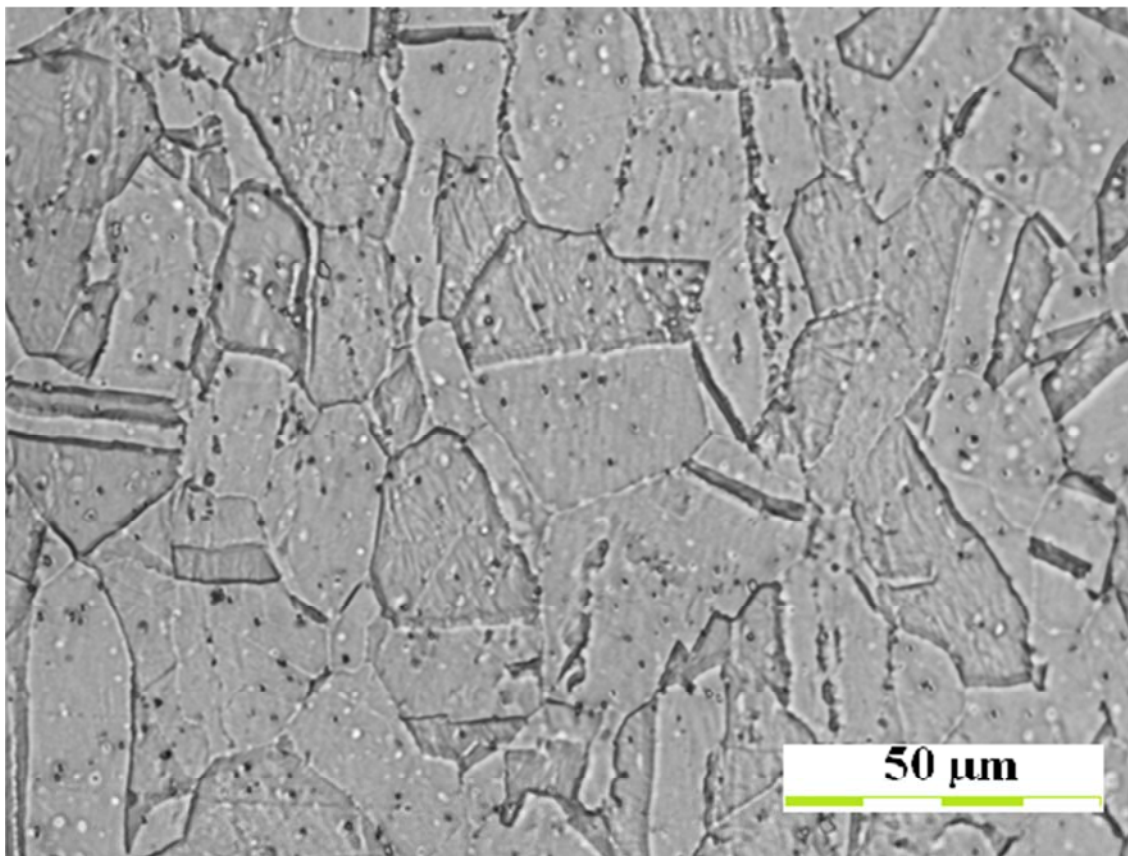


Figura 4.14: Imagen del microscopio óptico del plano transversal (X) de la muestra 1 procesada mediante ECAP , N=1.

Como puede apreciarse en la Fig. 4.14, los precipitados siguen presentando una distribución uniforme y su forma sigue siendo esférica, como ya se había observado en el mismo plano en la muestra “as received”.

1 PASADA – PLANO DE FLUJO

En la Fig. 4.15 se presenta una imagen adquirida mediante microscopía óptica del plano de flujo (Y). En este plano, cara superior de la muestra conforme salió de la matriz, podemos observar un claro reordenamiento de la microestructura y una deformación significativa del grano respecto al mismo plano en la muestra “as received”. Vemos como la forma del grano ha cambiado, han adoptado una forma alargada y sus aristas ahora son menos rectas.

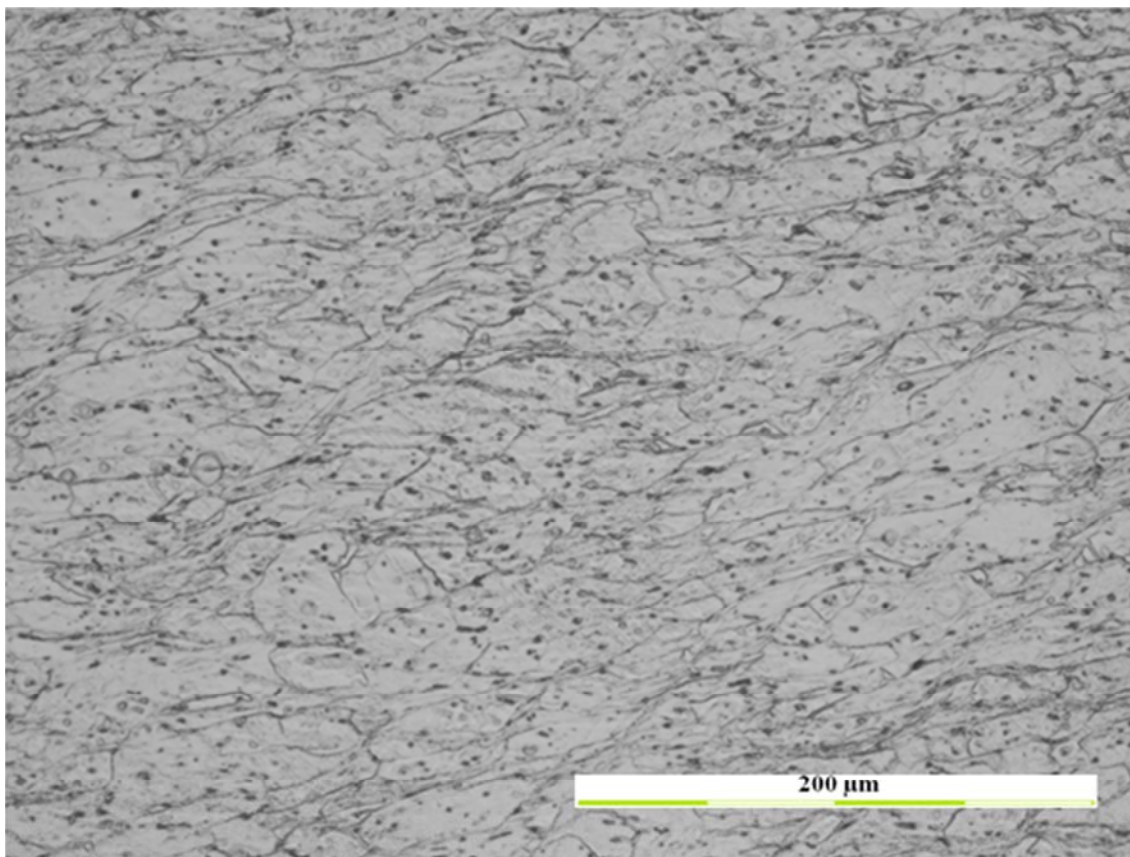


Figura 4.15: Imagen del microscopio óptico del plano de flujo (Y) de la muestra 1 procesada mediante ECAP , N=1.

Por otro lado, en la Fig. 4.15 se observan claramente bandas de deslizamiento, las cuales se forman como consecuencia de la deformación plástica a la que ha sido sometida la muestra.

La estructura cristalográfica de CuCrZr es FCC, y en este caso el plano de deslizamiento preferencial es el $\{1,1,1\}$ y su dirección de deslizamiento es la $\langle 1,1,0 \rangle$. Ello implica que existen hasta 12 sistemas de deslizamiento en CuCrZr. El plano de cizalla que actúa sobre la muestra al pasar por la curvatura del canal induce bandas de deslizamiento, que se formarán a lo largo de las direcciones de deslizamiento. Pero dado que la orientación inicial del grano es aleatoria, el tratamiento ECAP no consigue activar todos los sistemas de deslizamiento, sino que sólo activará los que estén en direcciones preferentes, es decir, cuando la orientación del grano coincida con la del plano de deslizamiento $\{1,1,1\}$.

Podemos observar que en el plano de flujo se han activado bandas y microbandas de deslizamiento que forman $\approx 60^\circ$ respecto a la horizontal.



Cuando la orientación del grano es otra, si se supera la tensión de activación (porque alguna componente de la fuerza en esa dirección supere el valor límite), pueden aparecer también bandas de deslizamiento en otras direcciones. Es por ello que se puede apreciar igualmente en la Fig. 4.15 una presencia destacable de bandas de deslizamiento formando un ángulo de 15-20° con la horizontal.

Aunque no son abundantes, es posible diferenciar también la aparición de algunos granos de menor tamaño que surgen como consecuencia de la fractura de granos de mayor tamaño. En algunos casos, en cambio, se aprecia que la deformación no ha sido suficiente para fracturar por completo el grano.

El tamaño de grano estimado por el método de las intersecciones resultó ser de aproximadamente 22,8 μm . Tras sucesivas medidas se concluye que este ligero incremento del tamaño de grano, en contra de lo esperado, se debe más a su alargamiento que a un verdadero engrosamiento del mismo. Si bien es cierto que el procesado por ECAP con matriz de 120°, tras una pasada basta para deformar el grano, no podemos concluir que sea suficiente para obtener un refinamiento substancial del mismo.

En la Fig. 4.16 puede observarse con más detalle la formación de las bandas de deslizamiento así como la presencia de maclas alargadas que cruzan todo el grano en la dirección paralela a las bandas. Además, puede apreciarse la deformación de maclas que ya estaban presentes; éstas se deforman en la dirección perpendicular a los planos de deslizamiento preferenciales.

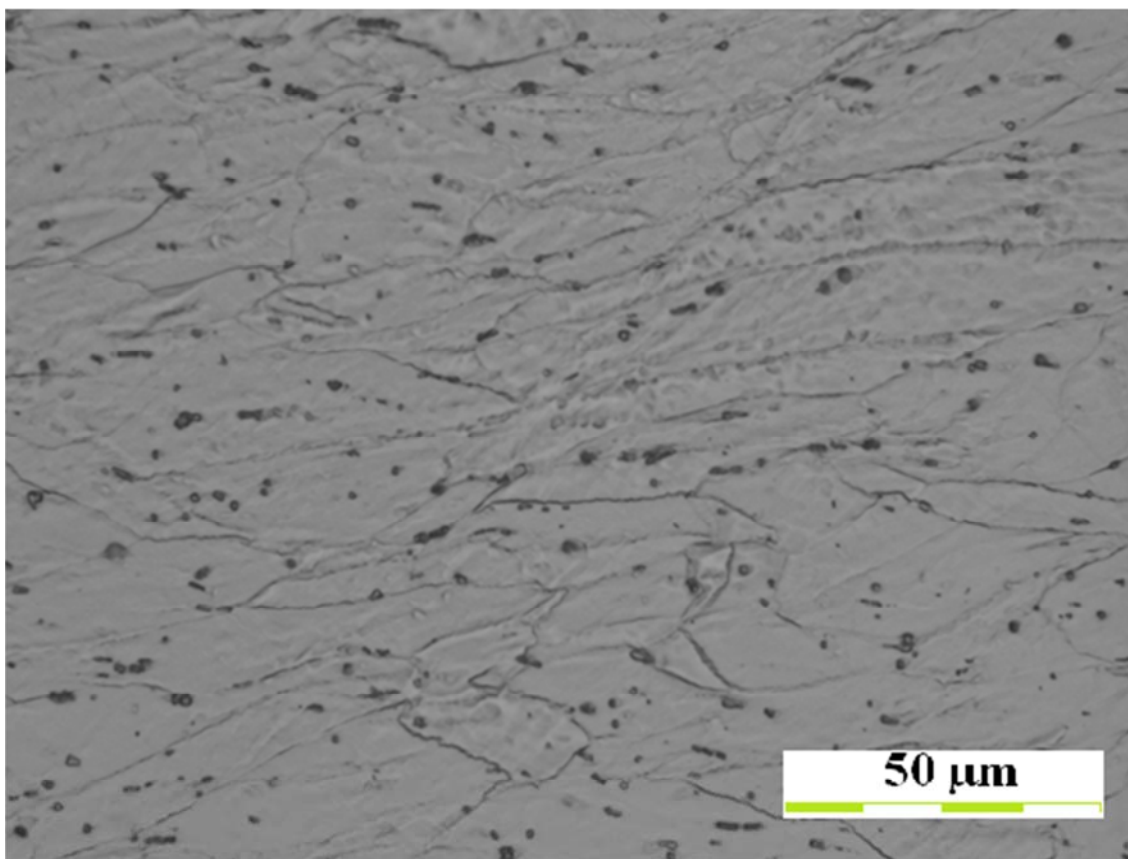


Figura 4.16: Imagen del microscopio óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 1 procesada mediante ECAP, N=1.

En lo que se refiere a los precipitados, éstos mantienen una distribución uniforme, así como su forma, con respecto a lo observado en las muestras “as received”.

En la Fig. 4.17, tomada con el microscopio SEM, se observa la morfología y distribución de los precipitados, confirmando los resultados obtenidos en las imágenes de microscopía óptica. Mediante el análisis EDS ha sido posible su identificación.

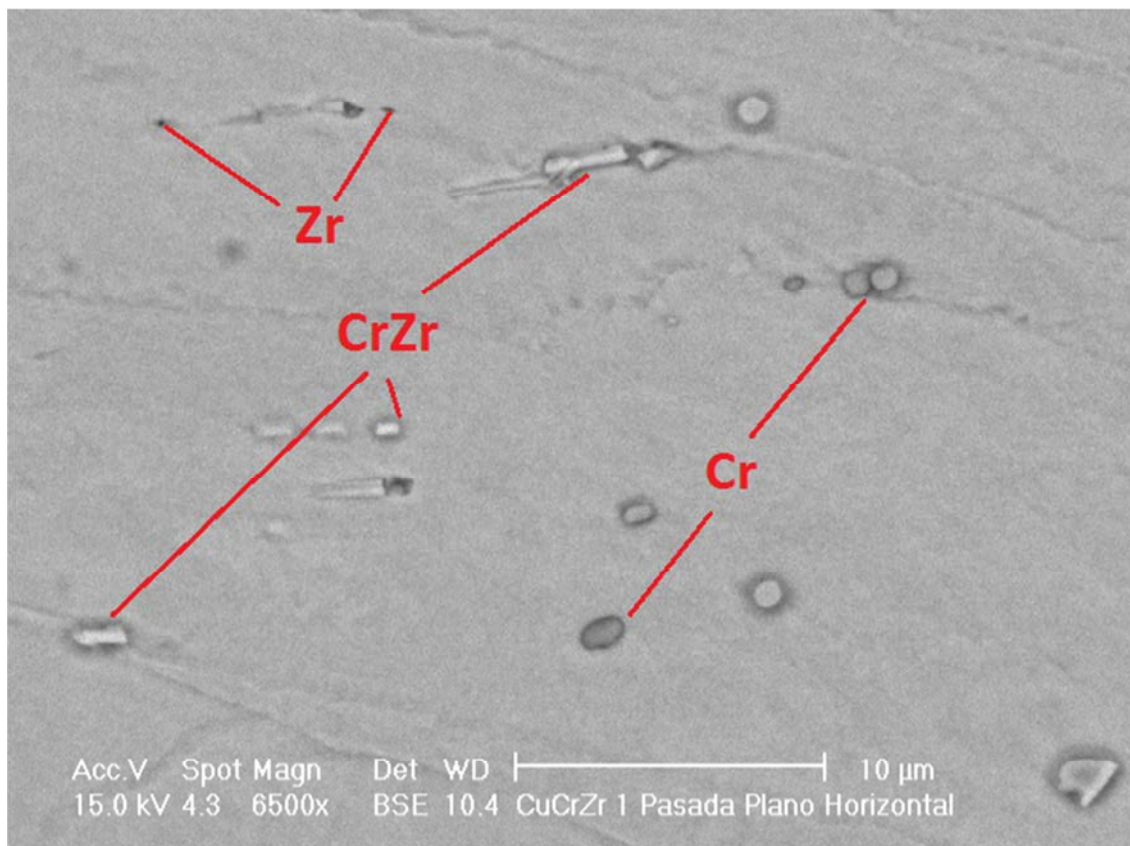


Figura 4.17: Imagen SEM mediante electrones retrodispersados del plano de flujo (Y) de la muestra 1 procesada mediante ECAP , N=1. La naturaleza de los precipitados ha sido determinada por EDS.

RUTA BC, 4 PASADAS

BC – 4 PASADAS – PLANO TRANSVERSAL

La Fig. 4.18 muestra una imagen de microscopía óptica de la muestra 2. Tras 4 pasadas, con sucesivas rotaciones de la muestra de 90° en sentido antihorario, las tres características más llamativas que se observan en la microestructura del plano transversal son un reordenamiento del grano, presencia de micro-bandas de deslizamiento, e interacción entre las bandas de deslizamiento.

La interacción entre las bandas de deslizamiento es el resultado de la gran cantidad de dislocaciones que se producen por la intensa deformación originada en la muestra durante el proceso ECAP. Esto debería implicar un incremento importante de la dureza, ya que la acumulación de dislocaciones dificulta el desplazamiento de las mismas, limitando así la deformación plástica que puede admitir el material. Esto origina una disminución en su ductilidad. Posteriormente analizaremos a partir de los resultados de microdureza si esto ha ocurrido realmente.

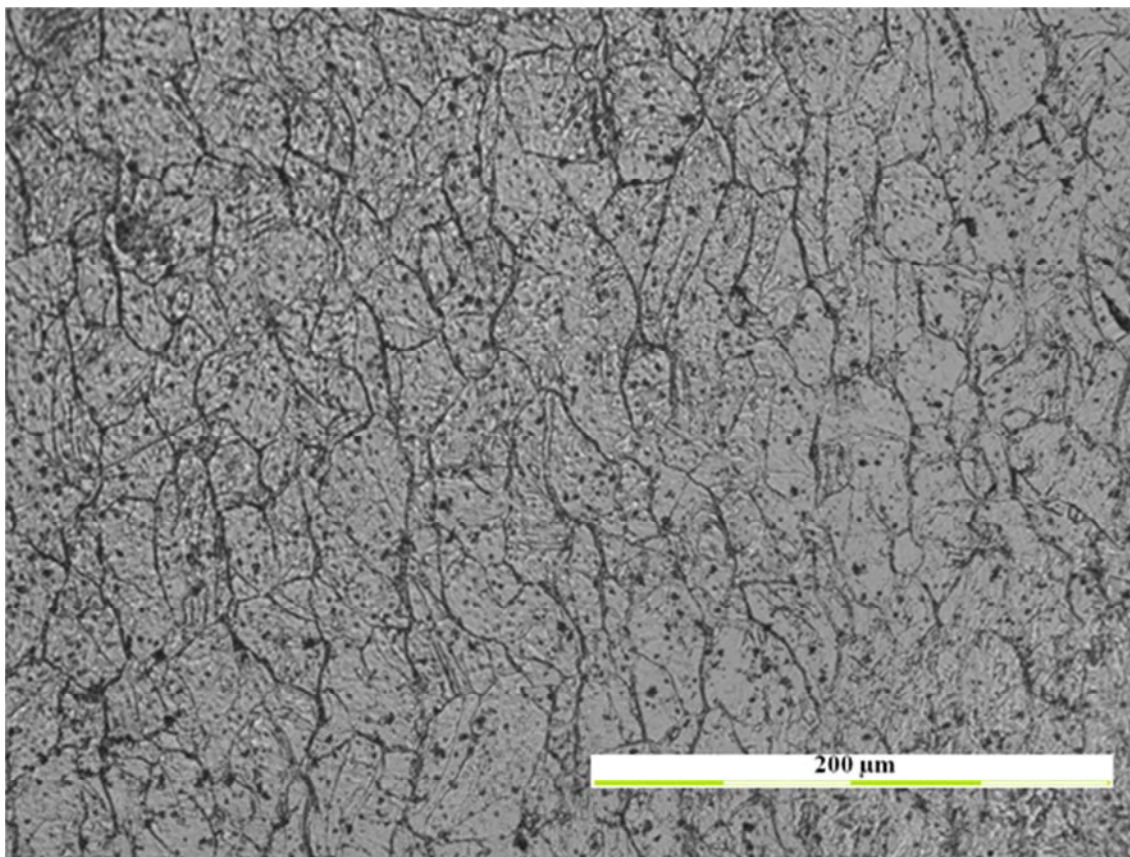


Figura 4.17: Imagen de microscopía óptica del plano transversal (X) de la muestra 2 procesada mediante ECAP, ruta BC, tras cuatro pasadas.

Por otro lado sigue habiendo un número apreciable de maclas. En lo que se refiere al tamaño de grano, el tamaño medio obtenido es de 18,2 μm .

Las Figs. 4.18 y 4.19 permiten apreciar la cantidad de bandas de deslizamiento presentes y de cómo interaccionan entre ellas. Además, hay que destacar que en este caso están mucho más definidas que en la muestra 1 tras solo una pasada. Estas bandas de deslizamiento fueron estudiadas con el SEM y se observó que están compuestas de granos muy pequeños ($< 1 \mu\text{m}$). Para poder estudiar con más detalle esta subestructura tan refinada, sería necesario hacer uso de la microscopía electrónica de transmisión.

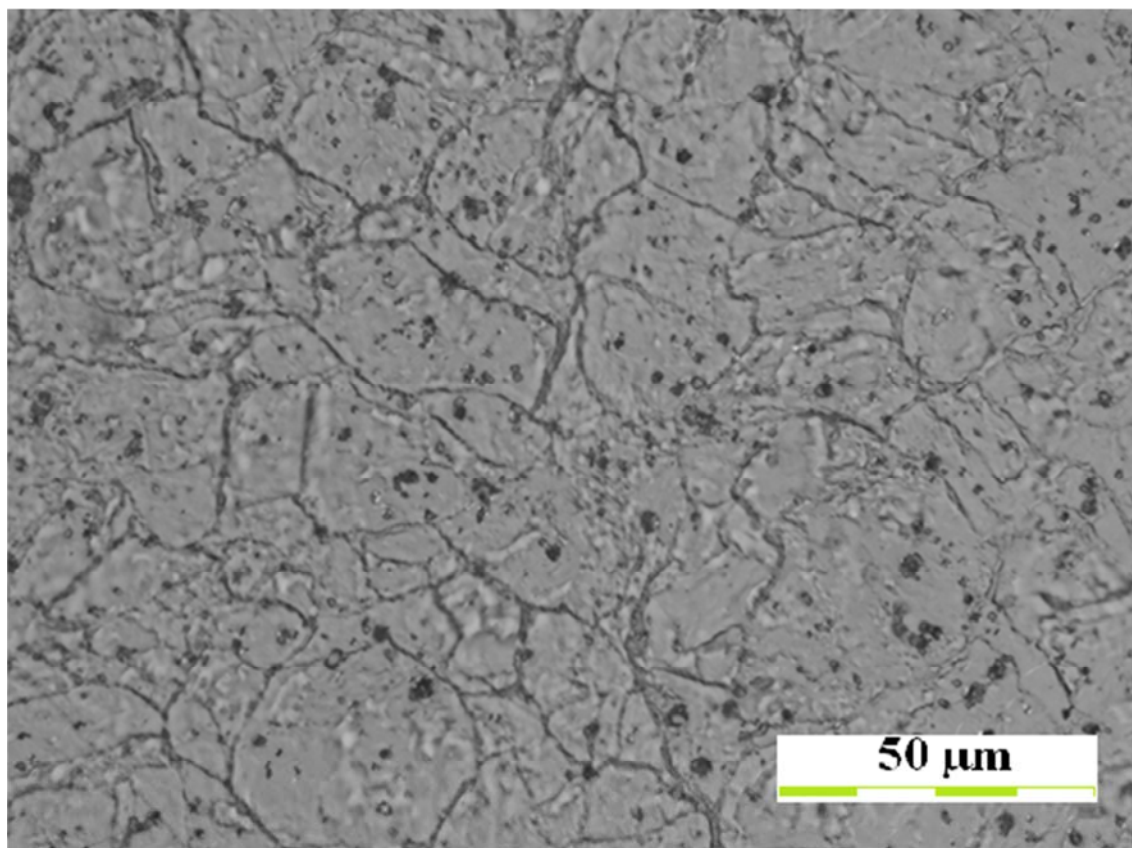


Figura 4.18: Imagen de microscopía óptica del plano transversal (X) de la muestra 2 procesada mediante ECAP, ruta BC, tras cuatro pasadas.

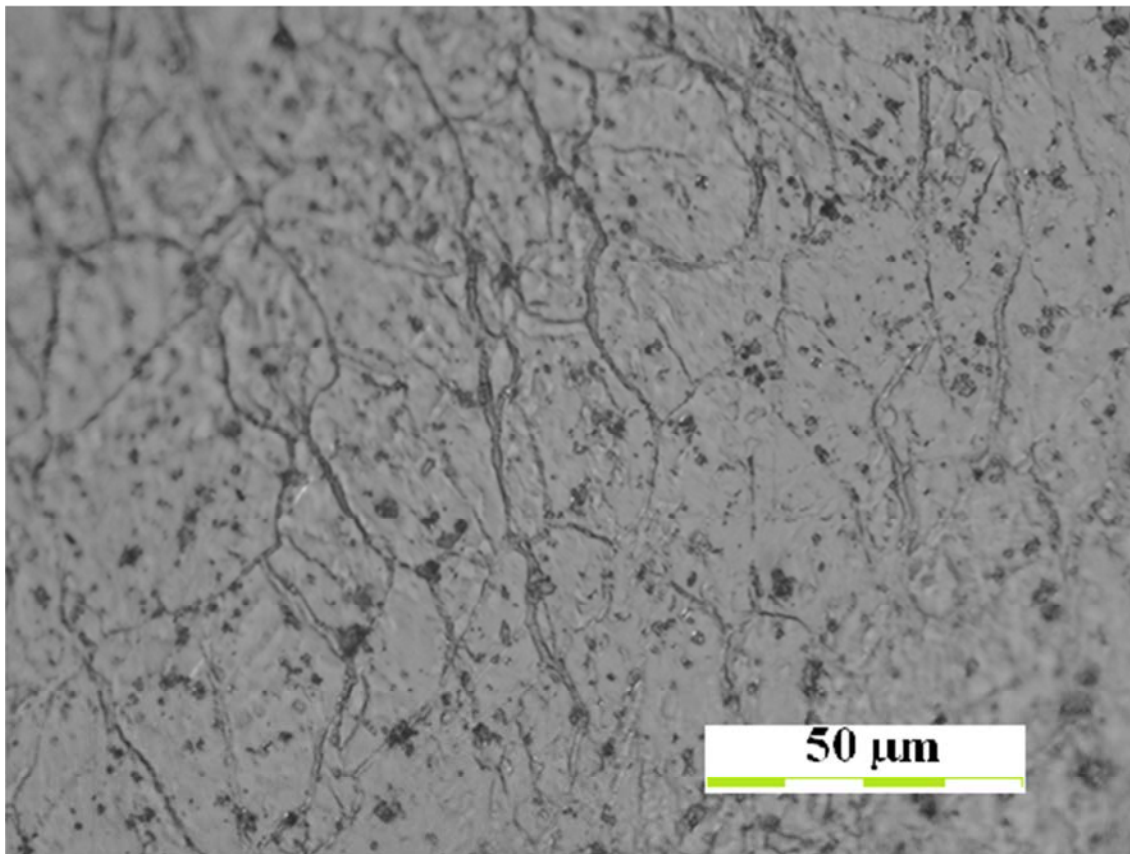


Figura 4.19: Imagen de microscopía óptica del plano transversal (X) de la muestra 2 procesada mediante ECAP , ruta BC, tras cuatro pasadas.

Además de la abundancia de bandas de deslizamiento, en las Figs 4.18 y 4.19 se aprecian igualmente bandas de deslizamiento en el interior de los granos.

En cuanto a los precipitados, como ocurría en el plano transversal (cara X) de la muestra “as received” y de la muestra 1 procesada una sola pasada, la concentración, distribución y morfología son similares. En la Fig. 4.20, en la que se muestra una imagen SEM de la muestra, se indican los resultados de identificar los precipitados mediante análisis EDS.

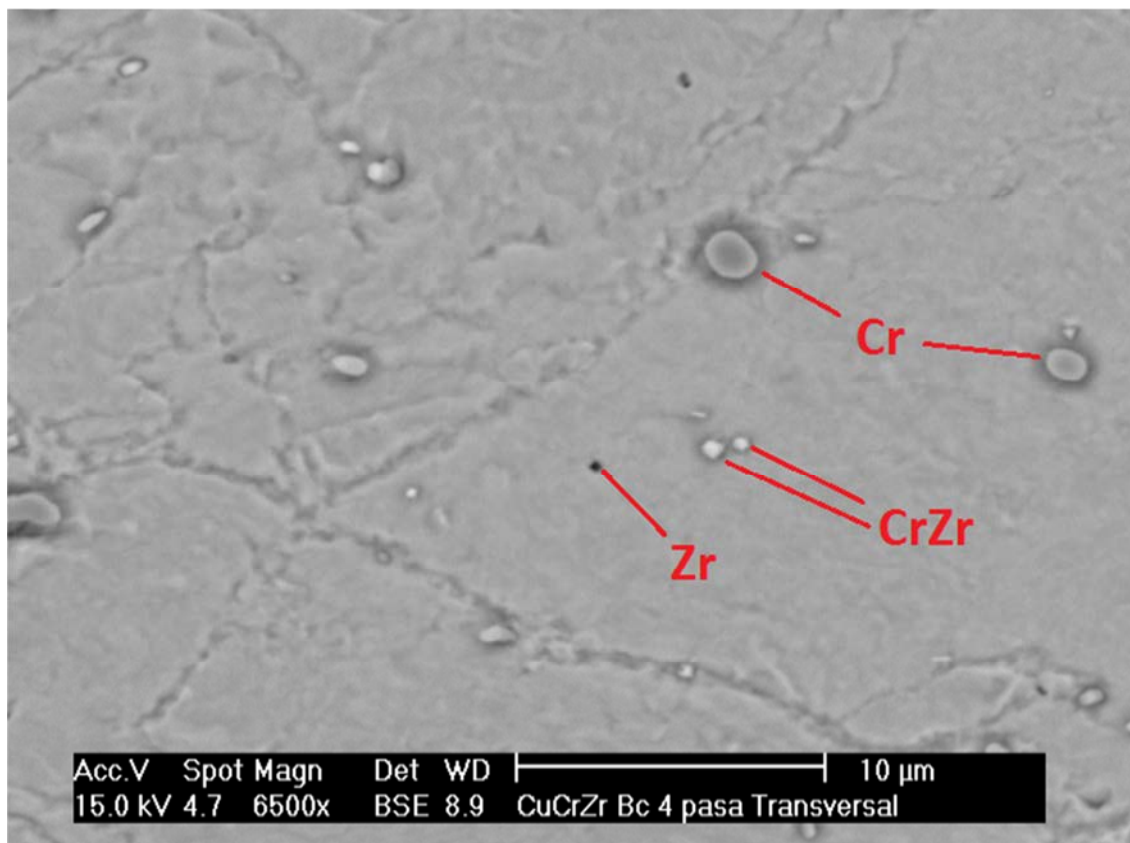


Figura 4.20: Imagen SEM de electrones retrodispersados del plano transversal (X) de la muestra 2 procesada mediante ECAP , ruta BC, tras cuatro pasadas. En la imagen se indican los precipitados identificados.

BC – 4 PASADAS - PLANO DE FLUJO

En la Fig. 4.21 se muestra una imagen de la microestructura del plano de flujo (Y). La microestructura del plano de flujo (cara superior de la muestra a su salida de la matriz en la última de las cuatro pasadas), se caracteriza por un grano alargado en la dirección horizontal, según la disposición de la imagen. Asimismo, aparecen bandas de deslizamiento claramente definidas, de gran longitud y orientadas en dos direcciones. Una de esas direcciones forma unos 60° con la horizontal, tal y como puede apreciarse en la Fig. 4.21.

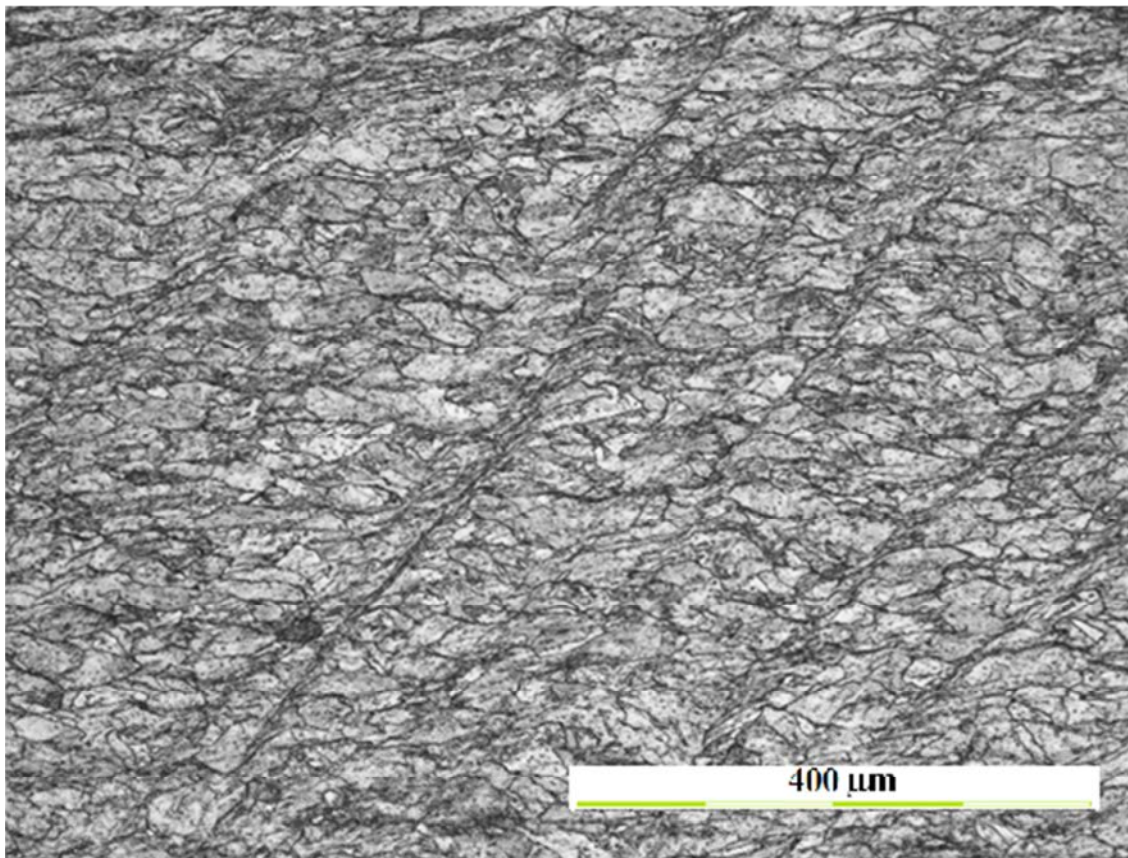


Figura 4.21: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 2 procesada mediante ECAP , ruta BC, tras cuatro pasadas.

La otra dirección preferente es casi horizontal (con inclinación ligeramente descendente de izquierda a derecha), y se manifiesta también con bandas muy definidas y de gran longitud como podemos observar en la Fig. 4.22. Esta imagen ha sido adquirida a bajos aumentos (X10) para así apreciar mejor su longitud. La banda se prolonga casi ininterrumpidamente a lo largo de toda la imagen.

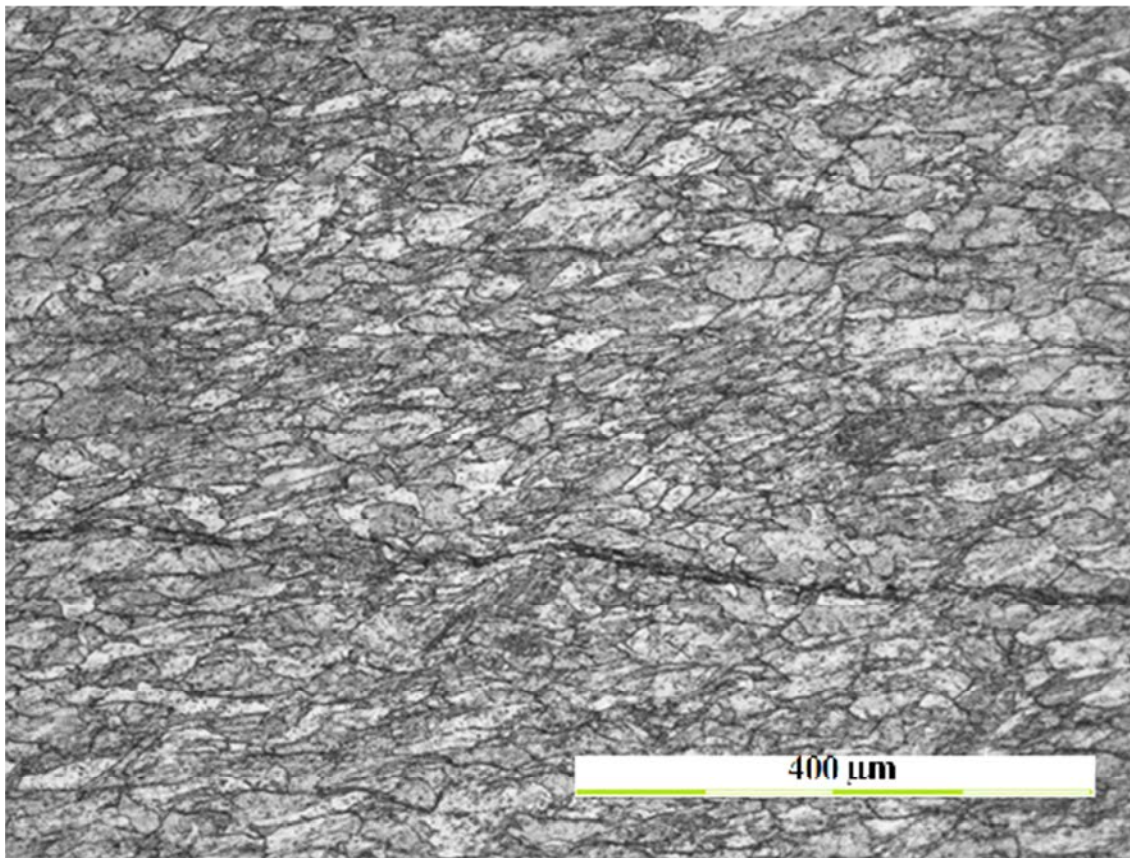


Figura 4.22: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 2 procesada mediante ECAP, ruta BC, tras cuatro pasadas.

En la Fig. 4.23, se presenta una imagen del microscopio óptica de la muestra 2. En ella se ilustra cómo las bandas de deslizamiento en ambas direcciones interaccionan entre sí.

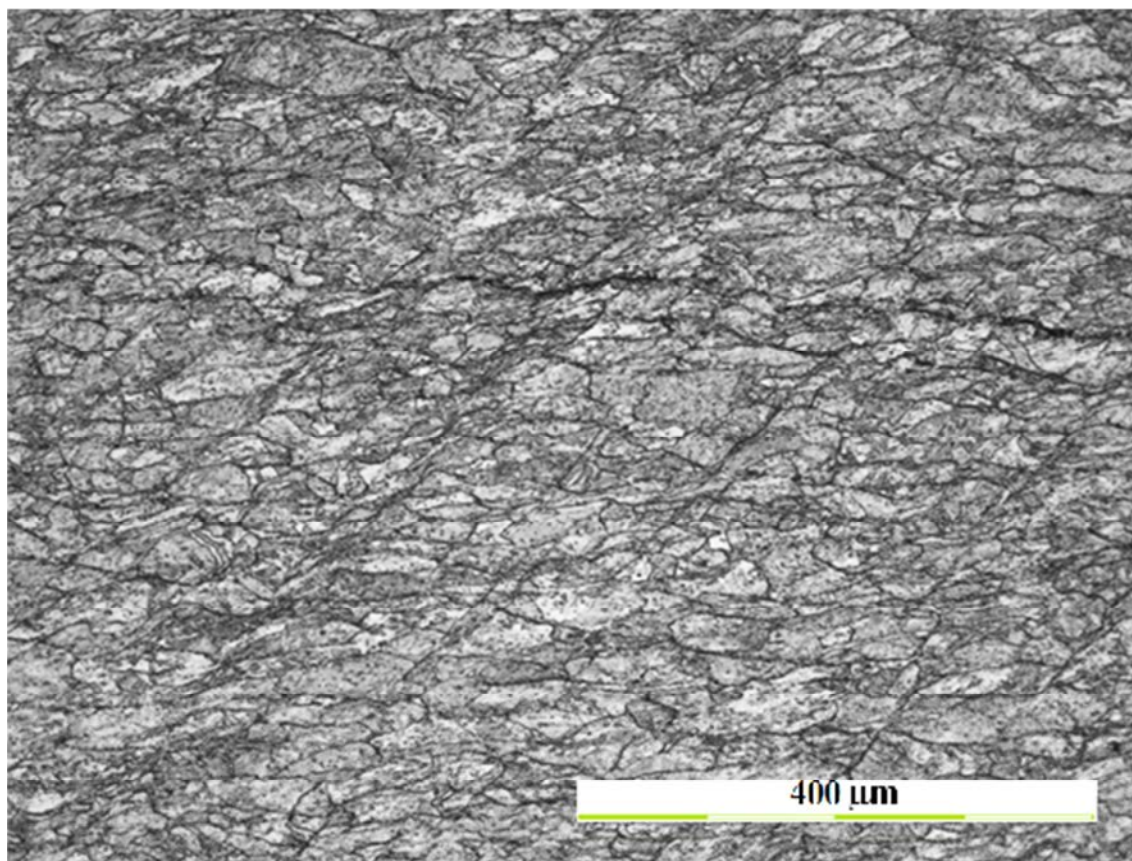


Figura 4.23: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 2 procesada mediante ECAP, ruta BC, tras cuatro pasadas. Interacción entre las bandas de deslizamiento.

En cuanto a los precipitados, como se muestra en la Fig. 4.24, se observa que se distribuyen uniformemente a lo largo de la muestra y continúan presentando las dos formas características de este plano de flujo, esférica (precipitados de Zr) y alargada (precipitados de Zr y CrZr). La deformación no parece ser suficiente para romperlos.

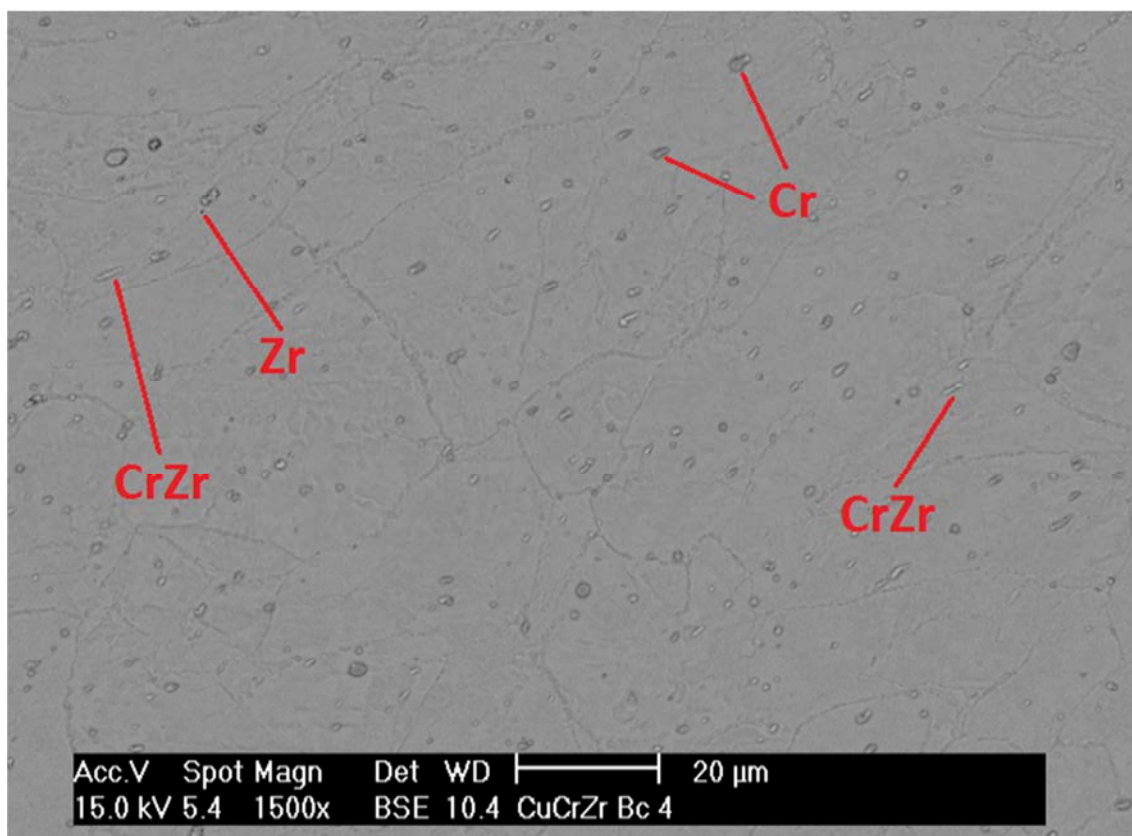


Figura 4.24: Imagen SEM mediante electrones retrodispersados del plano de flujo (Y) de la muestra 2 procesada mediante ECAP, ruta BC, tras cuatro pasadas. Los precipitados se han identificado mediante análisis EDS.

En cuanto al tamaño de grano, el valor medio es de $16,2 \mu\text{m}$, lo cual implica una disminución de aproximadamente un 5% respecto al tamaño de $17 \mu\text{m}$ que se estimó inicialmente para el plano de flujo de la muestra “as received”. Si se tiene en cuenta el error en el método de medida, podemos considerar que el refinamiento del grano de nuestra aleación sigue sin ser significativo. Puede haber diferentes causas que expliquen este hecho. Por un lado, que la deformación no sea suficiente para fracturar la mayor parte de los granos, formando así subgranos. También es posible que la temperatura, 400°C , sea demasiado alta y tenga lugar algún proceso de recristalización.

Sin embargo, se debe resaltar que, la abundante cantidad de granos submicrométricos que se localizan en el interior de las bandas de deslizamiento, están fuera del recuento a la hora de determinar el tamaño medio de grano. No han sido contabilizados por limitaciones del microscopio óptico. Si estos fueran considerados, el tamaño del grano promedio se reduciría drásticamente.



RUTA C, 4 PASADAS

C – 4 PASADAS – PLANO TRANSVERSAL (X)

En la Fig. 4.25 se muestra una imagen de microscopía óptica de la muestra 3 tras ECAP siguiendo la ruta C. La muestra ha sido girada 180° tras cada pasada. Los granos presentan un alargamiento en la dirección longitudinal de la imagen. Además, se observa la presencia de bandas de deslizamiento casi horizontales.

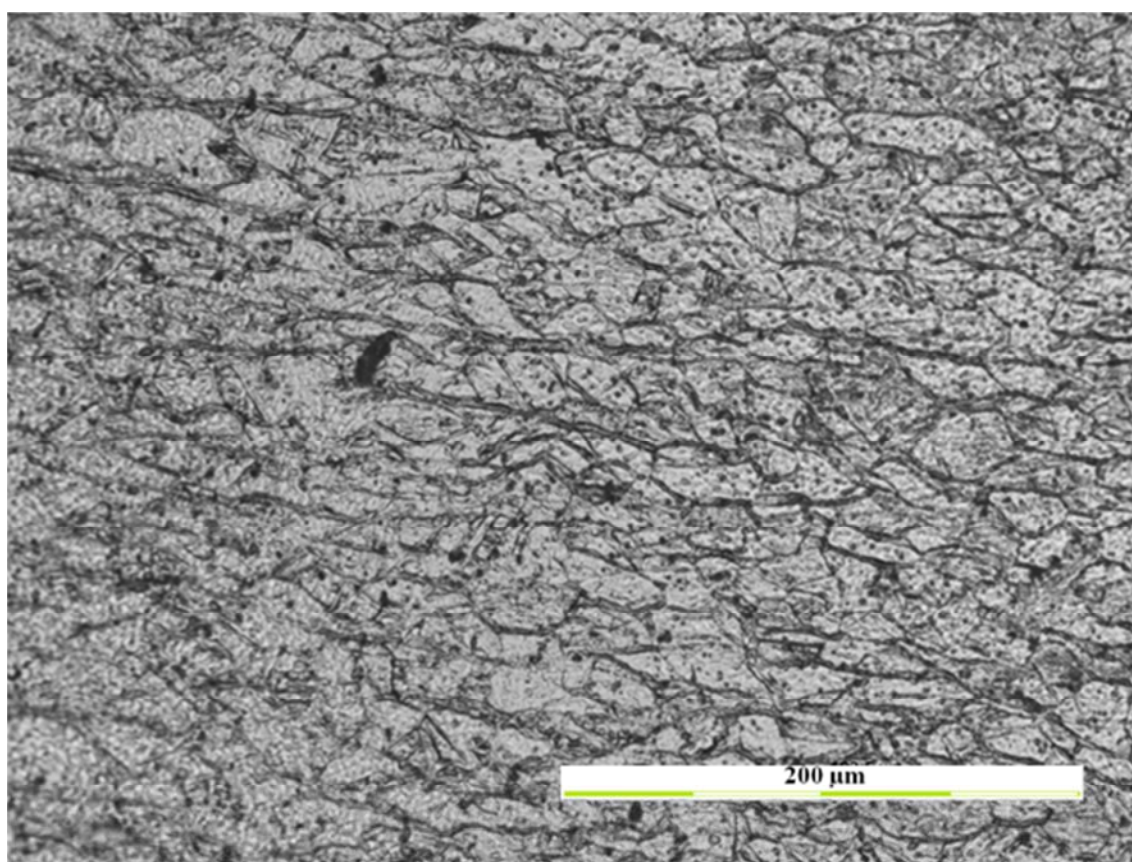


Figura 4.25: Imagen de microscopía óptica del plano transversal (X) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas.

No obstante, las bandas no se manifiestan con la claridad que ocurre en el plano de flujo de la muestra extruida según la ruta BC; de hecho, en otras zonas de la muestra estas bandas de deslizamiento no se detectan, tal y como se muestra en la Fig. 4.26. Esto se debe a la recuperación cada dos pasadas de la deformación, ya que el plano de cizalla se mantiene constante aunque el esfuerzo cortante cambie de sentido.

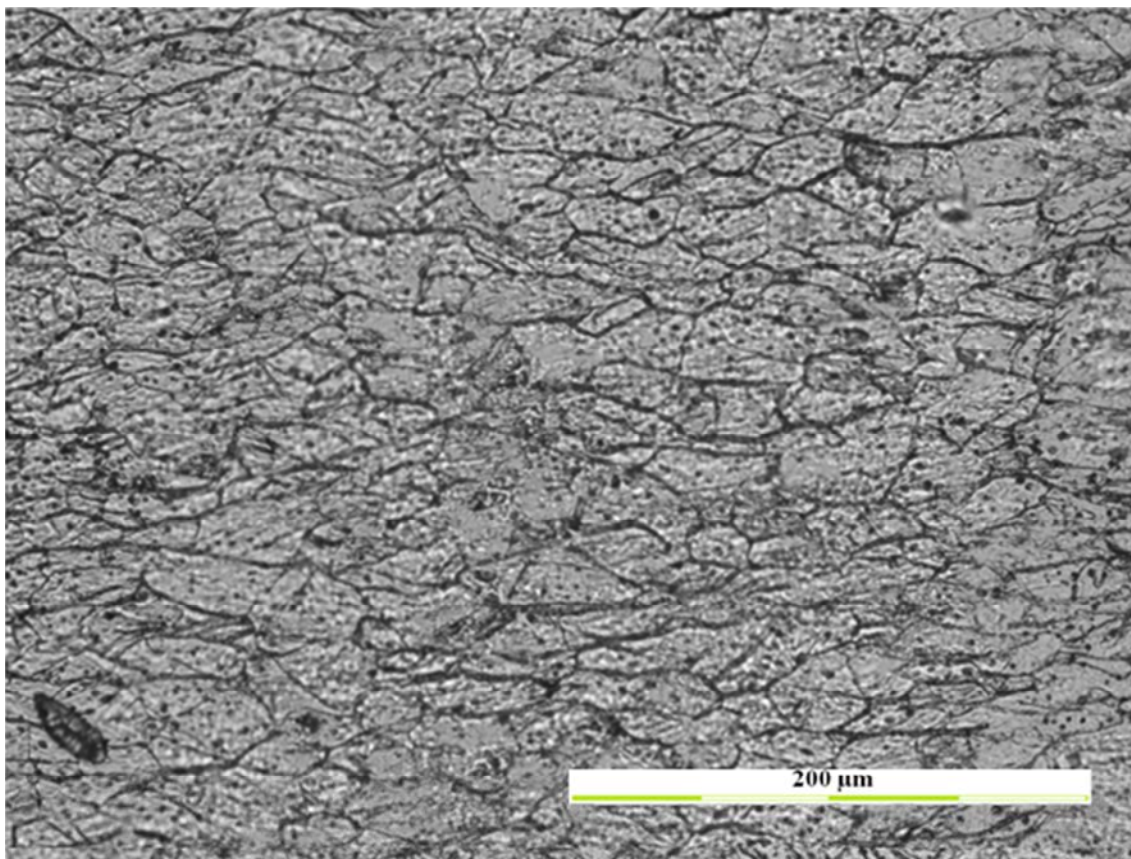


Figura 4.26: Imagen de microscopía óptica del plano transversal (X) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas.

El tamaño medio de grano es de 20 μm . Por otro lado, no se observan microbandas de deslizamiento en el interior de los granos.

En la Fig. 4.27 se presenta una imagen SEM del plano transversal de la muestra 3. La forma y distribución de los precipitados es similar a la de las otras muestras.

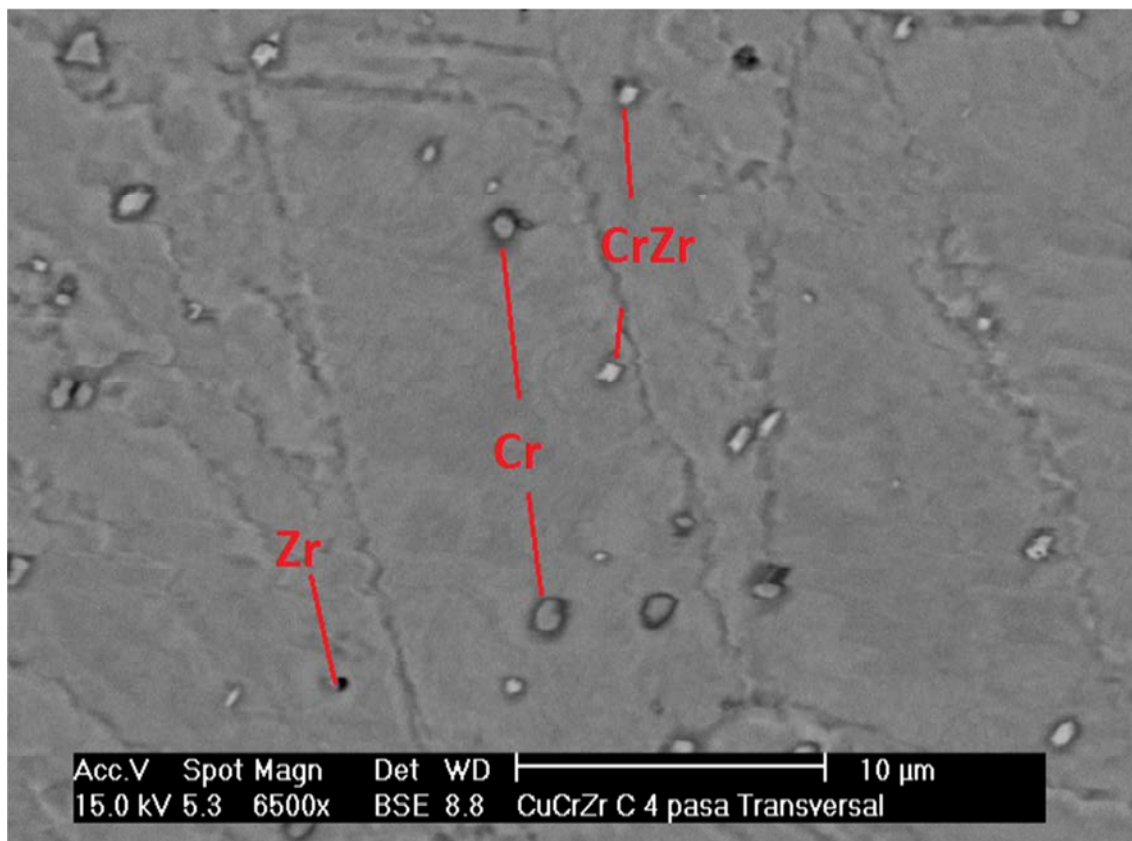


Figura 4.27: Imagen SEM mediante electrones retrodispersados del plano transversal (X) de la muestra 3 procesada mediante ECAP, ruta C, tras cuatro pasadas. Los precipitados han sido identificados mediante EDS.

C – 4 PASADAS – PLANO DE FLUJO (Y)

En la Fig. 4.28 se presenta una imagen del plano de flujo de la muestra 3. En este plano, a nivel macroscópico, se observa una estructura de grandes bandas de deformación, formando casi 60° con la horizontal. En este caso, no se encuentran tan bien definidas como en el plano de flujo de la muestra extruida según la ruta BC; a pesar de ello, el área afectada es muy importante. Los granos adyacentes a las bandas de deslizamiento han adoptado una forma alargada.

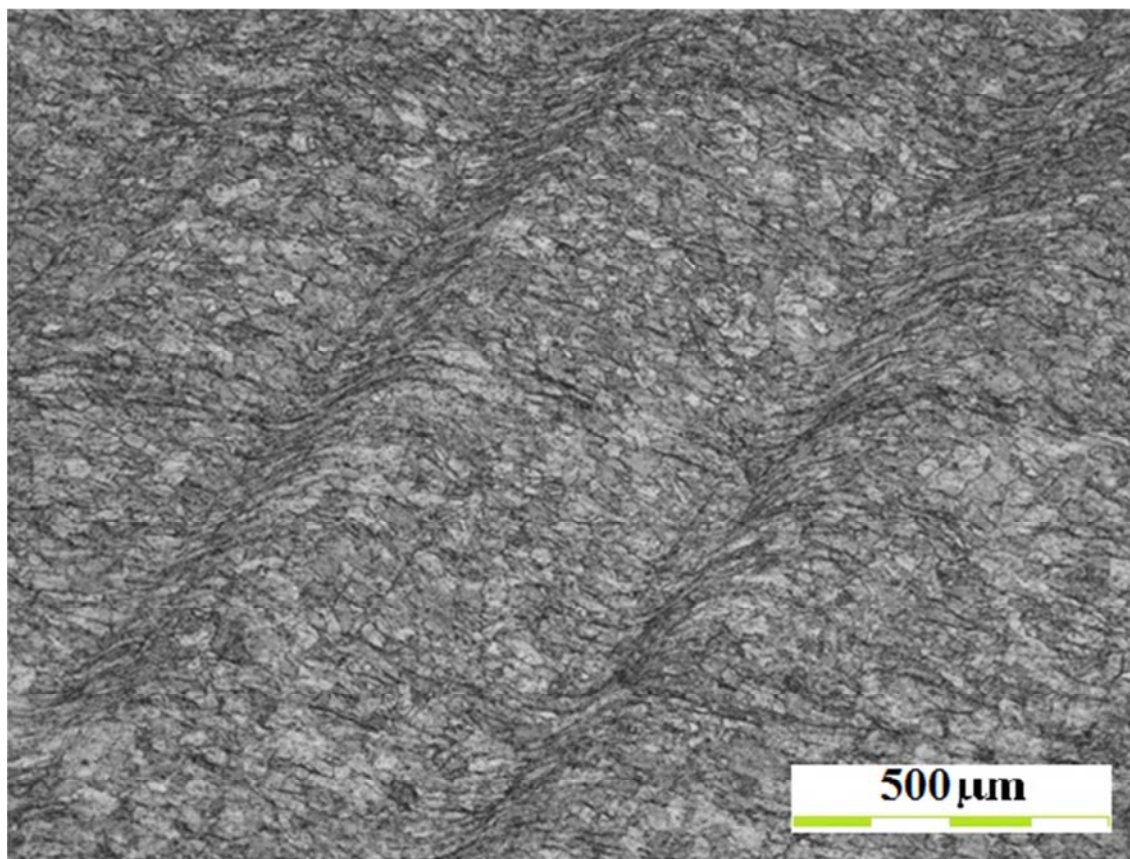


Figura 4.28: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo(Y) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas.

En la Fig. 4.29 puede apreciarse con más detalle cómo se reordenan los granos en las proximidades de la zona de afectación de la banda de deslizamiento. Las grandes bandas no están tan claramente formadas por granos de tamaño pequeño como sí ocurría en la muestra 2 deformada por la ruta BC.

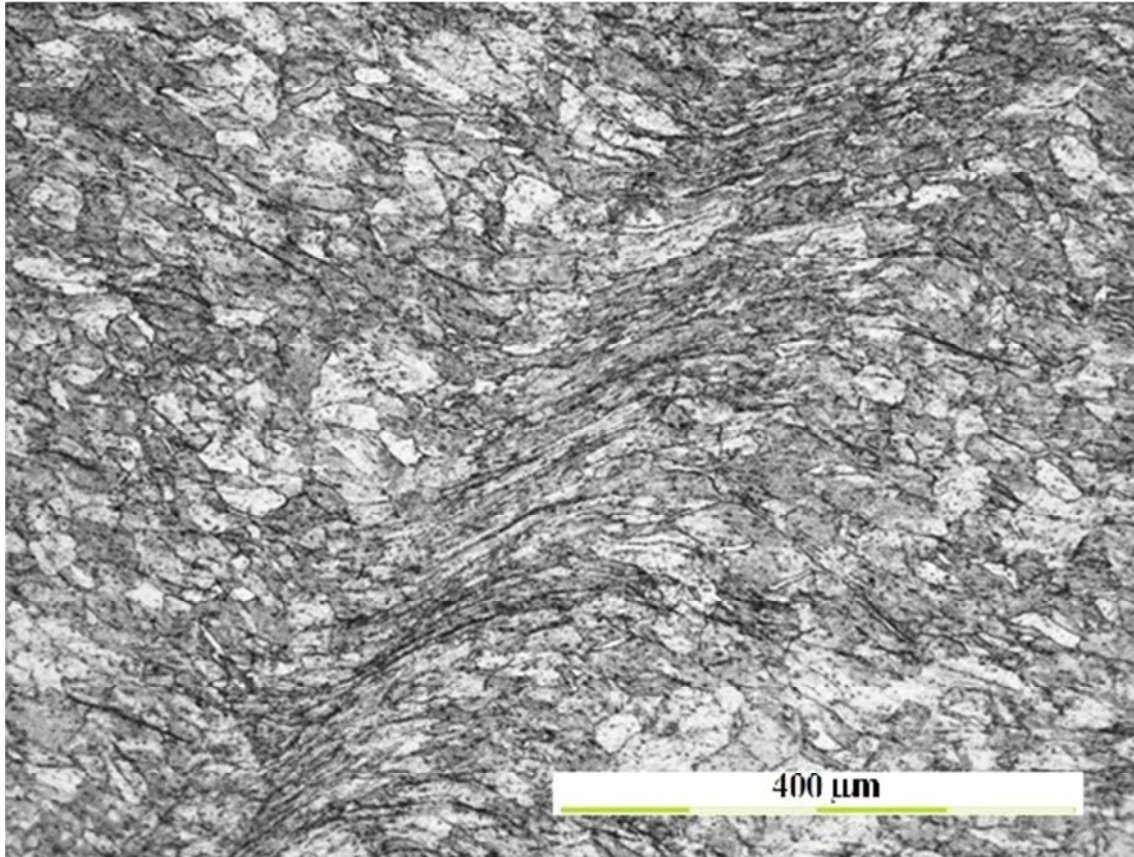


Figura 4.29: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas.

En la siguiente imagen, Fig. 4.30, se aprecia que los granos más alejados a las macrobandas de deslizamiento tienen una forma equiaxial, lo que contrasta con lo observado en los granos próximos a las macrobandas. La forma más equiaxial, sin una dirección claramente preferente, es probablemente debido a que la deformación en este plano se recupera cada dos pasadas.

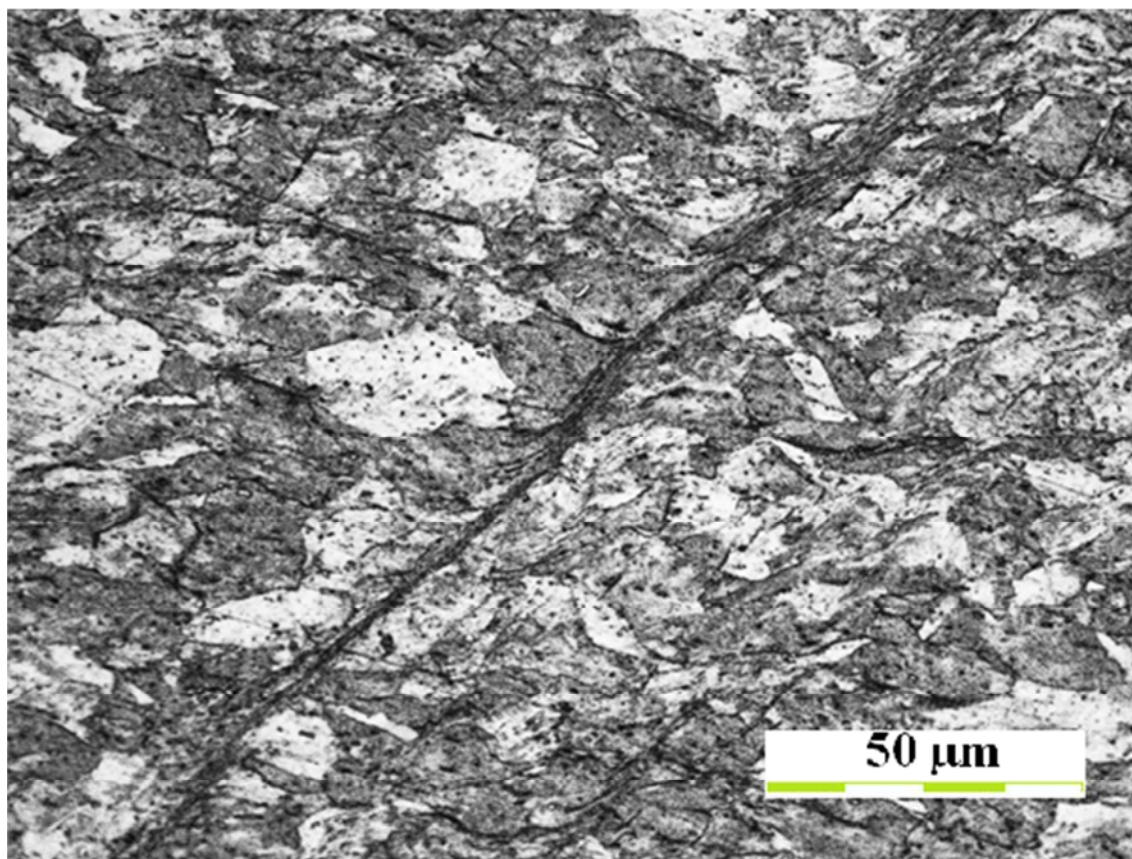


Figura 4.30: Imagen de microscopía óptica del plano de flujo (Y) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas.

En cuanto a los precipitados, tal y como se muestra en la imagen SEM de la Fig. 4.31, no se observan cambios respecto a lo observado en las otras muestras. El análisis llevado a cabo mediante EDS confirma que la morfología de los precipitados observados se mantiene como en las otras muestras.

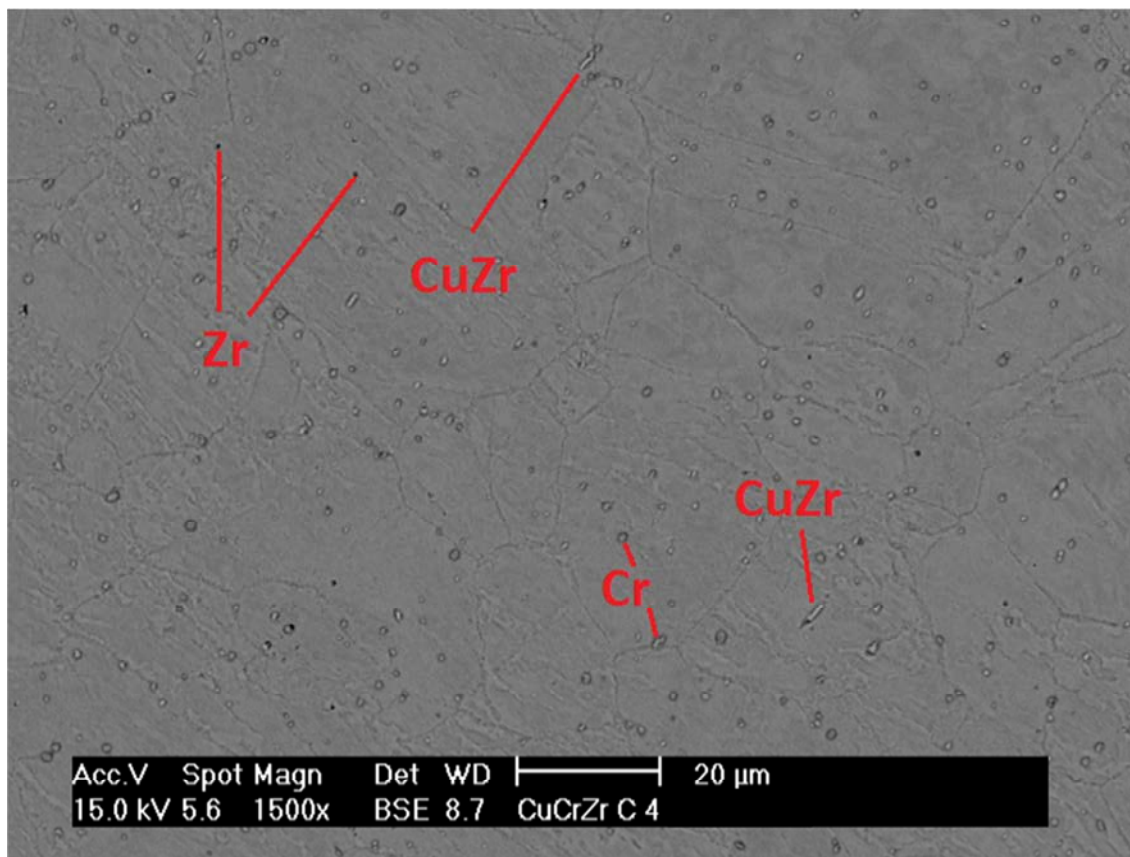


Figura 4.31: Imagen SEM mediante electrones retrodispersados del plano de flujo (Y) de la muestra 3 procesada mediante ECAP , ruta C, tras cuatro pasadas. Los precipitados han sido identificados mediante EDS.

4.1.3. TRATAMIENTO TÉRMICO: RECOCIDO

Los precipitados presentes en nuestra aleación de CuCrZr fueron considerados sensibles a los tratamientos térmicos en algunos trabajos previos [9]. Dada su importancia en la dureza del material, quisimos estudiar su comportamiento bajo un tratamiento térmico.

Con el fin de evaluar si los precipitados podían disolverse en la matriz de Cu, se realizó un recocido de la aleación a 600°C durante 1h, para posteriormente enfriarla rápidamente en agua con el fin de “congelar” su estructura.

Este tratamiento se realizó en el plano transversal de la muestra “as received” y en el plano transversal de la muestra procesada mediante ECAP en cuatro pasadas siguiendo la ruta BC por ser la que más dureza presentó como veremos posteriormente.



AS RECEIVED

Si comparamos la imagen a continuación, figura 4.32, con la imagen en el plano transversal de la muestra “as received” sin recocer a los mismos aumentos (50X), figura 4.3, podemos observar que ha tenido lugar una disolución parcial de los precipitados.

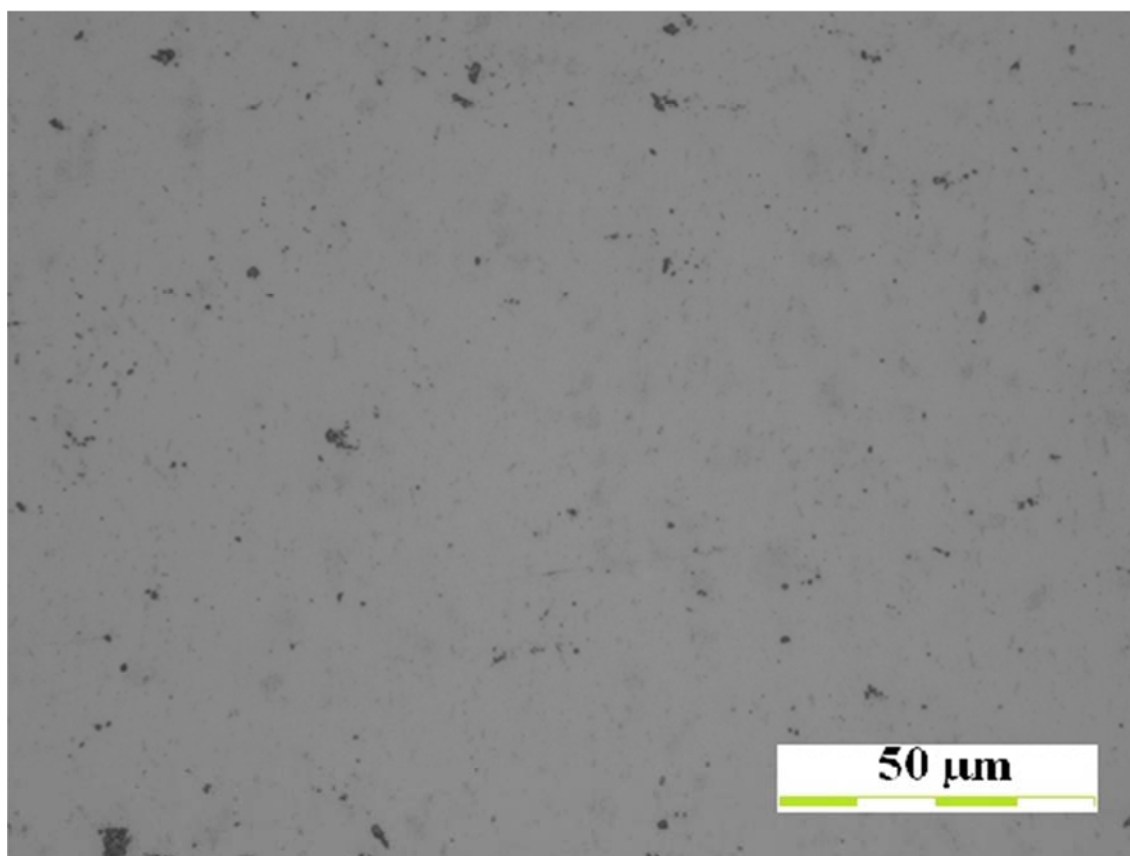


Figura 4.32: Imagen de la muestra “as received” sometida a tratamiento térmico

No obstante éstos no han llegado a disolverse del todo, lo que significa que el tiempo y la temperatura de recocido no han sido suficientes.

Esta menor presencia de precipitados se correlaciona perfectamente con el descenso de la dureza observado que comentaremos en el apartado 4.3.3.

ECAP - BC

Para la muestra recocida que había sido previamente procesada por ECAP (BC, 4 pasadas) se observa de igual modo la presencia de precipitados. No obstante, si



comparamos la imagen a continuación, figura 4.33, con la figura 4.18 que corresponde a una imagen a los mismos aumentos (50X) del plano transversal de la muestra 2 (BC) sin recocer, observamos que el número de precipitados se ha reducido considerablemente.

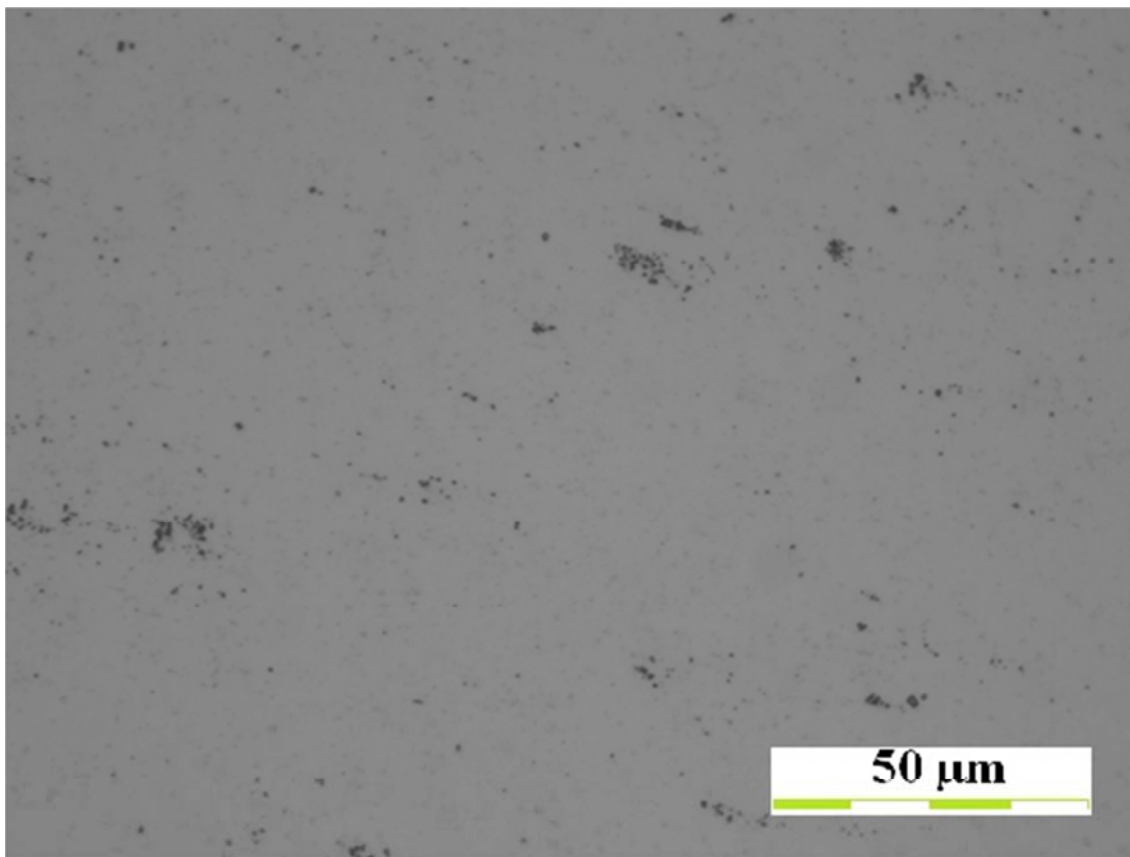


Figura 4.33: Imagen de la muestra procesada mediante ECAP (ruta BC, 4 pasadas) sometida a tratamiento térmico.

Al igual que ocurría en la muestra recocida “as received” concluimos que el tiempo y temperatura del tratamiento no han sido suficientes.

Sería interesante estudiar la influencia de la variación de dichas condiciones de tratamiento en la presencia y distribución de los precipitados.

4.2. MICRODUREZA

En esta sección se describen los resultados obtenidos en los ensayos de microdureza Vickers, siguiendo la norma ASTM E-92. Se compararán los valores



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

observados en las muestras “as received” con los obtenidos en las muestras procesadas por ECAP y recocidas.

4.2.1: MICRODUREZA DE LAS MUESTRAS “AS RECEIVED”

En la tabla 4.1 se presentan las medidas de microdureza Vickers correspondientes a la muestra “as received”.

MUESTRA "AS RECEIVED"						
	PLANO TRANSVERSAL (X)		PLANO DE FLUJO (Y)		PLANO LONGITUDINAL (Z)	
Medición	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers
p1	57,000	171,191	57,600	167,643	56,900	171,793
p2	58,600	161,970	58,200	164,204	57,300	169,403
p3	57,600	167,643	58,100	164,770	57,700	167,063
p4	57,600	167,643	58,300	163,642	56,900	171,793
p5	58,000	165,339	58,000	165,339	57,500	168,227
p6	57,400	168,814	57,700	167,063	58,600	161,970
p7	56,300	175,475	57,100	170,592	57,500	168,227
p8	58,100	164,770	57,600	167,643	57,200	169,996
p9	57,900	165,910	58,300	163,642	56,500	174,234
p10	58,700	161,419	58,100	164,770	57,500	168,227
p11	57,200	169,996	58,300	163,642	59,100	159,241
p12	57,700	167,063	57,800	166,485	57,400	168,814
p13	56,900	171,793	58,100	164,770	57,400	168,814
p14	57,700	167,063	57,500	168,227	56,800	172,399
p15	57,500	168,227	58,300	163,642	57,500	168,227
p16	60,000	154,500	58,100	164,770	56,900	171,793
p17	60,200	153,475	57,500	168,227	56,500	174,234
p18	59,100	159,241	57,800	166,485	57,400	168,814
p19	61,500	147,055	58,800	160,870	56,500	174,234
p20	62,000	144,693	57,200	169,996	57,300	169,403
MEDIA	58,350	163,664	57,920	165,821	57,320	169,345

Tabla 4.1: Resultados de las medidas de la microdureza Vickers en la muestra “as received”.

Los valores medios de dureza en la muestra “as received” considerando la desviación son:

- Plano transversal/cara X: 164 ± 8 HV
- Plano de flujo/cara Y: 166 ± 2 HV
- Plano longitudinal/cara Z: 169 ± 4 HV

Como podemos observar, la diferencia máxima de dureza entre los 3 planos del material no supera el 3,5%, por lo que, en la práctica, podemos asumir que el material es isótropo. El valor de la microdureza del material sería el valor medio de los tres



planos: 166 ± 9 HV. Este valor es 4.5 veces mayor que para el cobre puro, 37.61 HV [54].

El incremento de la dureza de CuCrZr con respecto a la del cobre puro puede explicarse por:

- Presencia de precipitados. Los defectos puntuales del material como vacantes, átomos sustitucionales o átomos intersticiales tienen efecto en las propiedades del material. La Fig. 4.32 ilustra tres de los defectos más importantes que pueden encontrarse en la estructura cristalina del material

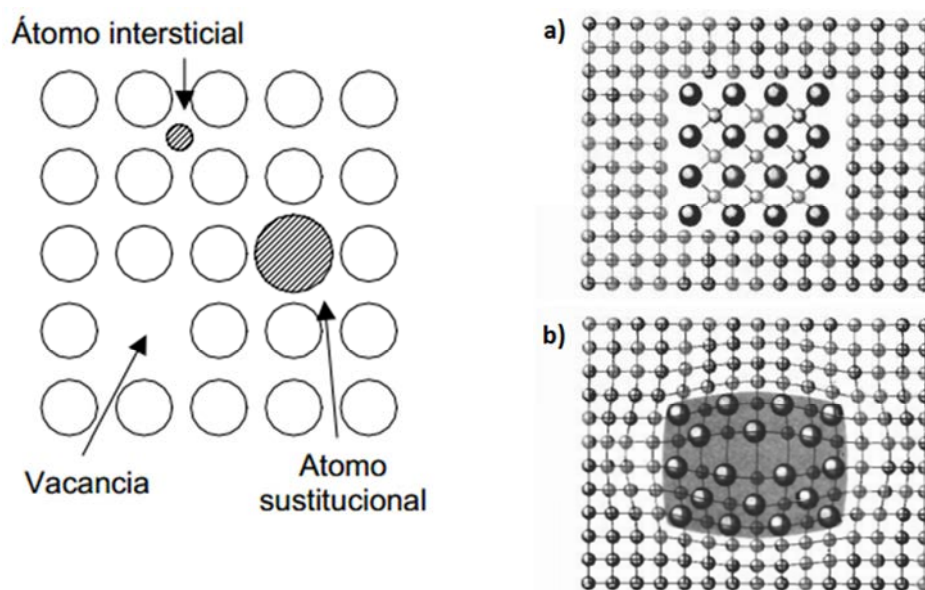


Figura 4.32: Posición de diferentes defectos en un material y sus efectos sobre la red cristalina” (Izquierda [46], derecha [49])

Al añadir los precipitados a la estructura del material, éstos distorsionan la estructura cristalina y dificultan el movimiento de las dislocaciones.

- Endurecimiento por deformación del material durante el proceso de fabricación. Durante el proceso de extrusión, para dar a las muestras una sección cuadrada regular, se ha introducido una deformación importante en la aleación. Las consecuencias de esta deformación son:

- Dislocaciones que aparecen en el material durante su solidificación [48].
- Maclas. Las maclas también pueden considerarse como un mecanismo de endurecimiento ya que dificultan el flujo plástico por deslizamiento. En realidad podemos considerarlo un mecanismo



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

secundario de endurecimiento ya que va asociado al deslizamiento, lo que significa que el material debe ser previamente deformado para que las maclas aparezcan [44]. Las maclas endurecen el material al dividir el grano en tres partes, impidiendo el movimiento de las dislocaciones y dificultando el movimiento de los bordes de grano por la resistencia a compresión que impone cuando un grano tiene a estirarse [44].

4.2.2. MICRODUREZA DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ECAP

La tabla 4.2 contiene los resultados de las mediciones de microdureza efectuadas sobre los planos transversales y de flujo de las barras de CuCrZr extruidas por ECAP.

Medición	MUESTRAS PROCESADAS ECAP											
	1 PASADA				RUTA BC, 4 PASADAS				RUTA C, 4 PASADAS			
	TRANSVERSAL		PLANO DE FLUJO		TRANSVERSAL		PLANO DE FLUJO		TRANSVERSAL		PLANO DE FLUJO	
	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers
p1	56,150	176,413	54,550	186,914	54,250	188,987	52,400	202,567	55,850	178,314	56,100	176,728
p2	56,100	176,728	57,250	169,699	54,500	187,257	53,600	193,598	55,450	180,896	52,050	205,300
p3	57,250	169,699	56,650	173,313	51,450	210,117	55,150	182,869	55,000	183,868	51,700	208,089
p4	54,300	188,639	57,050	170,891	56,100	176,728	47,650	244,966	56,400	174,853	50,650	216,806
p5	58,400	163,082	57,850	166,197	54,150	189,685	53,100	197,261	54,300	188,639	55,350	181,550
p6	56,400	174,853	56,400	174,853	56,800	172,399	50,200	220,711	51,450	210,117	53,850	191,805
p7	52,650	200,648	56,200	176,100	54,750	185,551	49,100	230,711	55,050	183,534	53,650	193,238
p8	58,800	160,870	53,600	193,598	54,200	189,336	53,950	191,094	56,550	173,927	52,900	198,756
p9	53,800	192,162	50,750	215,953	54,300	188,639	55,950	177,677	56,650	173,313	51,150	212,588
p10	59,450	157,372	50,250	220,272	55,750	178,954	57,250	169,699	55,600	179,921	53,600	193,598
p11	54,750	185,551	54,950	184,203	55,150	182,869	54,600	186,572	54,100	190,036	57,050	170,891
p12	56,550	173,927	58,500	162,525	52,250	203,732	53,350	195,417	55,200	182,538	52,350	202,954
p13	56,900	171,793	58,650	161,694	52,650	200,648	53,250	196,152	55,500	180,570	52,550	201,412
p14	57,750	166,773	57,450	168,520	52,200	204,122	51,350	210,936	53,100	197,261	55,900	177,995
p15	55,950	177,677	52,550	201,412	54,150	189,685	48,850	233,078	54,900	184,538	51,850	206,887
p16	59,400	157,637	52,900	198,756	54,650	186,230	52,750	199,888	55,500	180,570	54,150	189,685
p17	57,700	167,063	57,950	165,624	52,400	202,567	55,650	179,598	56,300	175,475	52,700	200,267
p18	57,550	167,935	55,400	181,222	54,650	186,230	51,700	208,089	54,850	184,875	52,250	203,732
p19	56,550	173,927	56,300	175,475	54,050	190,388	55,350	181,550	53,000	198,006	53,950	191,094
p20	57,050	170,891	54,050	190,388	53,250	196,152	56,900	171,793	52,500	201,796	53,800	192,162
MEDIA	56,673	173,682	55,463	181,880	54,083	190,514	53,105	198,711	54,863	185,152	53,378	195,777

Tabla 4.2: Resultados de las medidas de la microdureza Vickers en la muestra extruidas por ECAP.

Los valores medios de las mediciones junto con su desviación se resumen a continuación:

- 1 PASADA:
Plano transversal: 174 ± 11 HV



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

- Plano de flujo: 182 ± 20 HV
- RUTA BC 4 PASADAS:
 - Plano transversal: 191 ± 10 HV
 - Plano de flujo: 199 ± 20 HV
- RUTA C 4 PASADAS:
 - Plano transversal: 185 ± 10 HV
 - Plano de flujo: 196 ± 12 HV

En la tabla 4.3 se resumen los incrementos porcentuales de la dureza adquirida en el material ECAP respecto al material “as received”.

DUREZA	AS RECEIVED	Ruta 1 PASADA	% AR vs ECAP 1N	BC 4 PASADAS	% AR vs ECAP BC 4N	C 4 PASADAS	% AR vs ECAP C 4N
Transversal	164	174	6%	191	16%	185	13%
Plano de Flujo	166	182	10%	199	20%	196	18%
MEDIA	165	178	8%	195	18%	191	15%

Tabla 4.3: Comparación de las medidas de la microdureza Vickers .

Como podemos observar en la tabla anterior, gracias a la deformación plástica severa impuesta sobre el material, sea cual sea el número de pasadas o la ruta seguida, la microdureza aumenta. El incremento mínimo es de un 6 % y el máximo es del 20%. Esto nos permite afirmar que existe una mejora de la dureza del material.

4.2.2.1. CAUSAS GENERALES DEL INCREMENTO DE LA DUREZA EN LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ECAP

Como ya se ha explicado detalladamente en el capítulo 2, durante la extrusión angular de la muestra se introduce una enorme deformación plástica. Esta deformación distorsiona la estructura cristalina del material, induciendo cambios en la misma que conllevan un endurecimiento de la muestra. Los factores que más contribuyen a ese endurecimiento son el aumento de la densidad de dislocaciones, la deformación del grano, el aumento del número de maclas y la variación del tamaño del grano.



Dislocaciones:

Al procesar las muestras mediante ECAP se introduce una gran deformación plástica en la aleación de CuCrZr. Durante el proceso de deformación, no solo se origina el movimiento de las dislocaciones sino que también se generan nuevas dislocaciones. Debemos hacer notar que las dislocaciones también pueden aparecer durante un proceso de solidificación o de enfriamiento rápido [47,48].

Las dislocaciones son defectos lineales en la estructura de un material, que afectan a muchos átomos confinados en un plano. Este plano produce una deformación en la estructura [46-48]. En la Fig. 4.33 podemos ver una ilustración de cómo la presencia de dislocaciones modifica la estructura cristalina del material e induce esfuerzos en la misma.

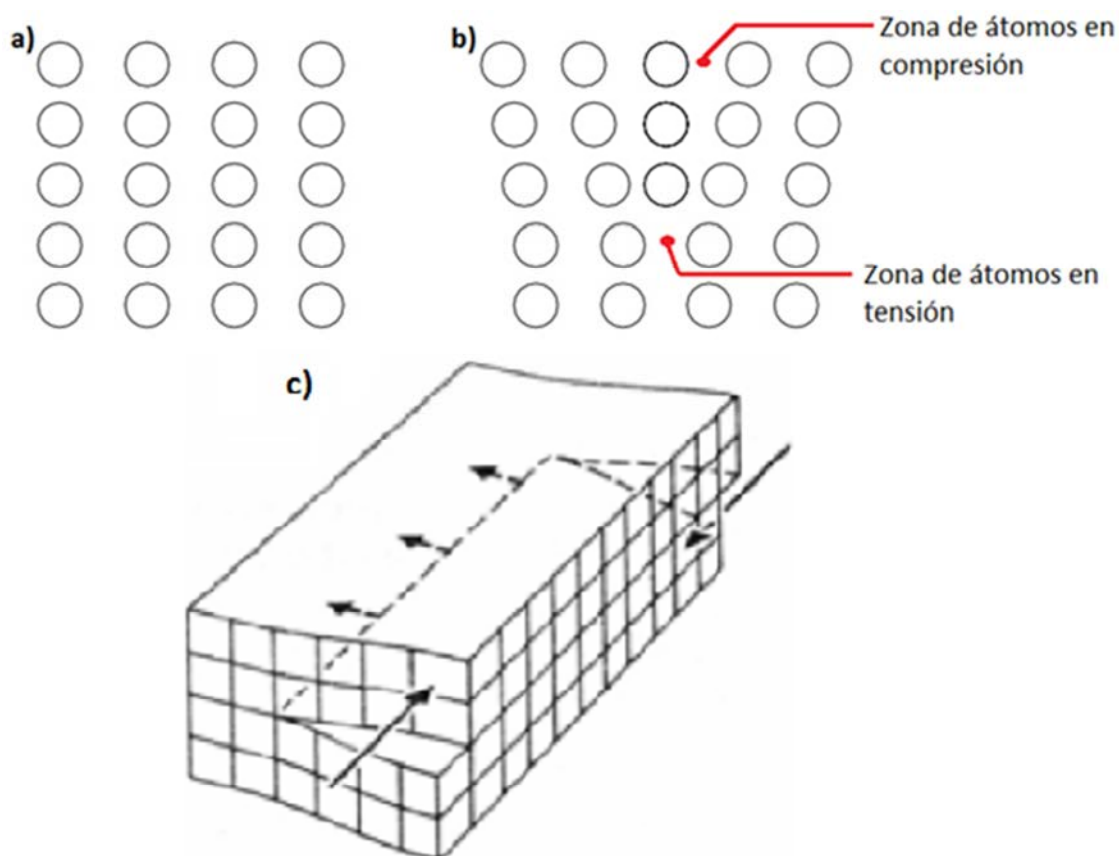


Figura 4.33: a) Estructura perfecta [46]. b) Estructura con dislocación de borde/cuña en la que pueden distinguirse zonas de compresión (átomos vecinos más apretados entre sí), y zonas de tensión (átomos adyacentes más espaciados entre sí); imagen modificada a partir de [46]. c) dislocación de tornillo producto de un esfuerzo de corte [47].

La deformación que hemos inducido en nuestra muestra mediante ECAP, hace que las dislocaciones que ya existían originariamente en la estructura se desplacen. Al moverse, éstas se encuentran con obstáculos (los precipitados) y se dividen, por lo que el número total de dislocaciones presentes aumenta [46,48].



Las dislocaciones se desplazan a lo largo de los planos de deslizamiento en la dirección de deslizamiento. El sistema de desplazamiento de las dislocaciones viene determinado por la estructura cristalina del material. En nuestro caso, tenemos una estructura cúbica centrada en las caras (FCC), lo que significa que hay hasta 12 posibles sistemas de deslizamiento, siendo el plano preferencial el $\{1,1,1\}$ y su dirección la $\langle 1,1,0 \rangle$ [46,48].

La dislocación se desplaza bajo la acción de una fuerza a lo largo del plano de deslizamiento, pues a lo largo de dicho plano la fuerza necesaria es menor. Ello origina un reordenamiento de los átomos que componen la estructura cristalina del material. [45,48].

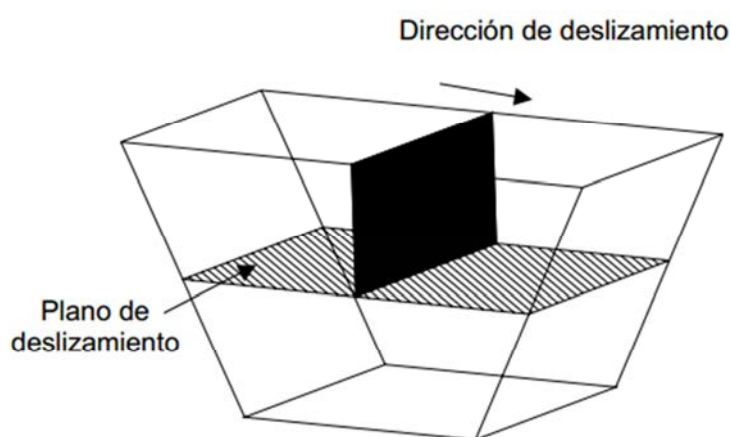


Figura 4.34: Ilustración esquemática de un sistema de deslizamiento [46].

Cuanto mayor sea el número de dislocaciones presentes en la muestra, mayor fuerza se necesita para volver a deformarla, ya que los campos de esfuerzos generados por unas dislocaciones estorbarán el desplazamiento de otras. Esta es una de las razones por las que nuestra aleación de CuCrZr se endurece [45,46,48]. En la figura 4.35 se representa la evolución del Yield strength con el porcentaje de trabajo en frío para diversos metales como el latón y el acero 1040. Se observa que al aumentar el trabajo en frío (la deformación en el material) aumenta también los valores del Yield strength, por lo que aumenta la dureza. Un fenómeno parecido ocurre en nuestra aleación CuCrZr tras el proceso ECAP.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

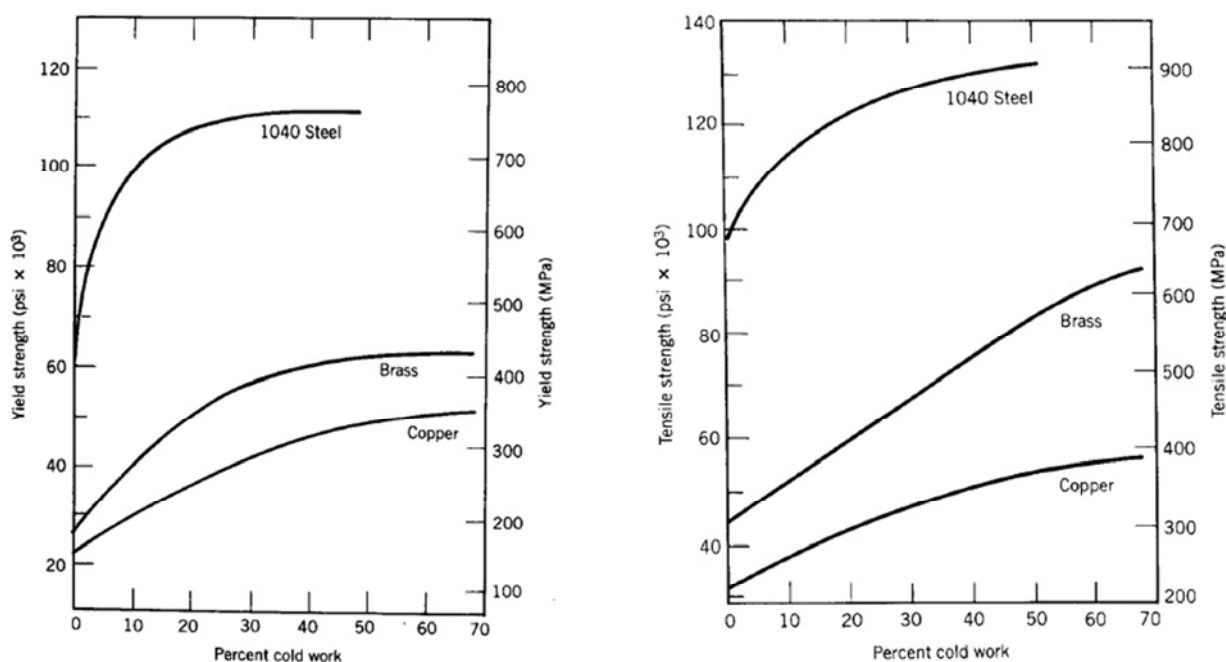


Figura 4.35: Variación del límite elástico (izquierda) y resistencia a tracción (derecha) en función al porcentaje de trabajo en frío para cobre, latón y acero 1040 [48].

Recordemos que en un metal existe una relación lineal entre la microdureza y la resistencia al límite elástico. En CuCrZr también existe una relación prácticamente lineal entre dichas magnitudes, tal y como se explicó en el apartado 2.1.1. y cómo podemos apreciar en la figura 2.4 [9]. Podemos, por tanto, afirmar que un aumento de la microdureza significa un aumento del límite elástico y de la resistencia a tracción de nuestra aleación de CuCrZr.

Es conveniente precisar también que si el movimiento de las dislocaciones se limita, la cantidad de deformación plástica que admite nuestro material se ve reducida, lo que implica una disminución de la ductilidad [45,46,48]. Esto puede verse en la curva representada en la Fig. 4.36.

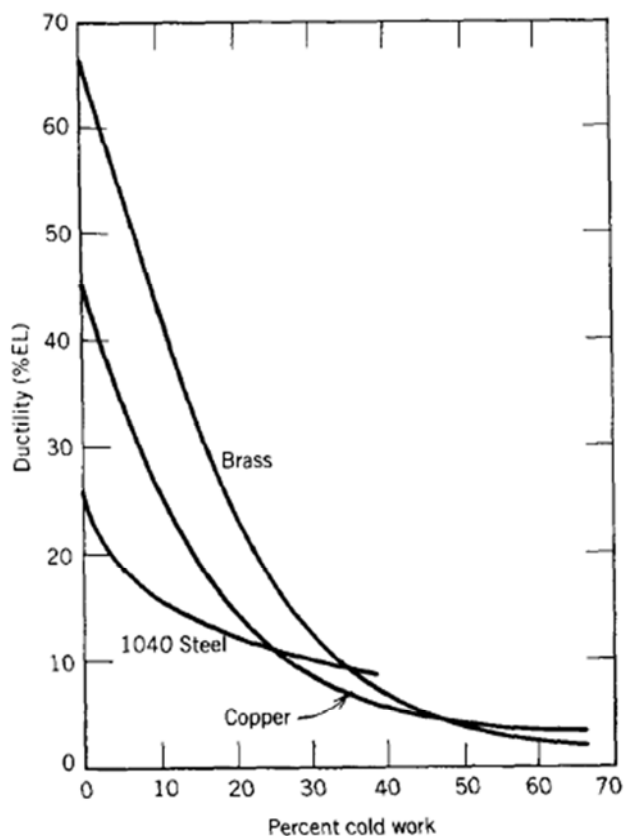


Figura 4.36: Variación la ductilidad en función al porcentaje de trabajo en frío para cobre, latón y acero 1040 [48].

Aunque el proceso de extrusión ECAP se realiza a 400 °C, la temperatura de deformación es inferior al 40% de la temperatura de fusión de la aleación. Eso significa que durante el proceso ECAP no hay difusión atómica, por lo que las dislocaciones perduran en la estructura cristalina de nuestra aleación, y por tanto se consigue un incremento permanente de la dureza y de la resistencia del material [45].

En nuestro caso, CuCrZr, es un policristal formado por numerosos granos con una orientación aleatoria. La deformación de la aleación metálica policristalina es el resultado de la deformación individual de cada uno de sus granos [48].

Deformación del grano

En nuestro caso, los granos experimentan una gran deformación, lo cual da lugar a importantes tensiones residuales que pueden localizarse en determinadas zonas del material. Estas tensiones residuales no dan lugar a un aumento de la dureza,



sino todo lo contrario, su acumulación en determinados puntos puede favorecer la aparición de un fallo prematuro ante esfuerzos menores de lo esperado [45].

Maclas

Como hemos explicado anteriormente, las maclas van asociadas siempre a un desplazamiento de las dislocaciones, nunca son independientes.

Las maclas se forman como consecuencia de un esfuerzo cortante, y su crecimiento dependerá de su capacidad de nucleación. Si bien es cierto que nuestro material inicial presentaba ya maclas, el esfuerzo cortante que sufre la muestra a su paso por la curvatura del canal de la matriz produce la nucleación de nuevas maclas y el crecimiento de algunas ya existentes previamente [44]. Al partir el grano y bloquear los bordes del mismo, las maclas dificultan el deslizamiento de las dislocaciones y por tanto inhiben la cantidad de deformación plástica que soporta nuestra aleación, lo que se traduce en un incremento de su dureza (y disminución de su ductilidad)

Tamaño del grano

Según la ley de Hall-Petch, el yield strength es inversamente proporcional al tamaño de grano. La disminución en el tamaño de grano origina un aumento en el número de fronteras de grano, lo que impide el movimiento de las dislocaciones disminuyendo así la deformación plástica que se puede originar en el material.

La frontera de grano es de por sí una discontinuidad en la estructura cristalina [46,48]. Los granos vecinos tienen diferente orientación. El movimiento de la dislocación se ve impedido, ya que para que éste continúe es necesario que cambie la dirección de desplazamiento de la dislocación para pasar de un grano a otro con diferente orientación. La figura 4.37 ilustra este fenómeno.

En nuestro caso, tras el proceso de ECAP aparecen granos más pequeños dentro de las bandas de deformación, lo que daría lugar a un aumento del número de fronteras de grano. Sin embargo también se observa que los granos fuera de las bandas de deformación mantienen su tamaño e incluso aumentan un poco. Ello significa que, en nuestro caso el aumento de la microdureza observado tras el ECAP no está ligado al tamaño de grano.

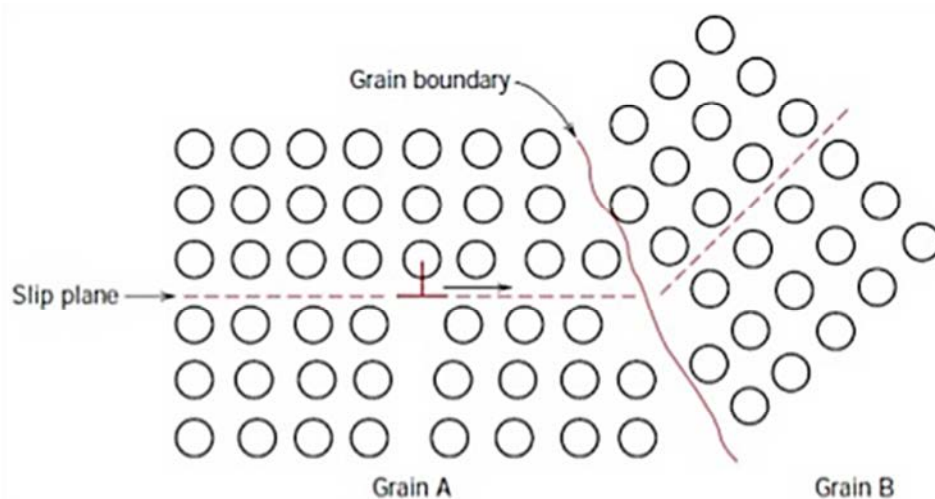


Figura 4.37: Desplazamiento de una dislocación en la frontera de grano [48].

Es posible que en nuestro caso podamos originar una disminución general del tamaño de grano mediante ECAP. Para ello deberíamos estudiar el efecto de otros parámetros como el número de pasadas, el ángulo del canal de la matriz y la temperatura a la que se lleva a cabo el proceso.

4.2.2.2. CAUSAS DEL INCREMENTO DE LA DUREZA EN LAS MUESTRAS PROCESADA POR ECAP

Como se muestra en la tabla 4.3, el incremento en la dureza tras el proceso ECAP es diferente para cada una de las muestras. Esto significa que, como era de esperar, la ruta y el número de pasadas tienen una importancia clave en la cantidad de deformación plástica que se logra introducir en el material y, por tanto en el endurecimiento del mismo.

De las tres muestras que se han sometido al proceso de deformación plástica severa, la que ha acumulado cuatro pasadas siguiendo la ruta BC, es la que más se ha endurecido, aproximadamente, en valor medio, un 18%. En segundo lugar quedaría la muestra que acumula también 4 pasadas pero que ha sido procesada mediante la ruta C. En este caso el endurecimiento medio obtenido ronda el 15%. En último lugar quedaría la muestra procesada mediante ECAP con una sola pasada, que se endurece alrededor de un 8%.

De estos datos se deduce que, desde una primera pasada la deformación introducida en el material es suficiente para afectar la densidad y movilidad de las dislocaciones. El incremento en la dureza de las muestras extruidas es cuatro veces con respecto a la que sólo ha sido extruida una vez. Ello se debe a que, a igual ángulo



de curvatura del canal, un mayor número de pasadas induce un mayor cantidad de deformación en el material tal y como se deduce de la ecuación Eq. 7.

La diferencia entre los valores de dureza de las dos muestras sometidas a cuatro pasadas está asociada a la ruta seguida. Como se explicó en el apartado 2.2.4.2, distintas rutas distorsionan el material de forma diferente, produciendo distintas dislocaciones y desorientaciones de los bordes de grano.

Tanto para la ruta BC como para la ruta C, puede decirse que el proceso de deformación es redundante. Para la ruta BC, la tercera pasada induce tensiones en el mismo plano de cizalla que la primera pero en sentido opuesto; y de la misma forma, la cuarta pasada contrarresta la segunda. En la ruta C, la segunda pasada induce tensiones en el mismo plano que la primera pero en sentido opuesto, y del mismo modo la cuarta pasada actúa sobre la tercera [14,15].

La diferencia entre estas dos rutas radica en que para la ruta C sólo se genera un plano de cizalla al girar la muestra 180°; en cambio, para la ruta BC se generan dos planos de cizalla diferentes lo que produce una grado de deformación mayor en el material, y por tanto un mayor endurecimiento.

Esos dos planos de cizalla son los responsables de las dos bandas de deslizamiento claramente diferenciadas (a 0°-(-5°) y 55°-60°) que interactúan entre ellas tal y como se ha indicado anteriormente. Esta interacción entre las bandas produce una limitación de las dislocaciones, la cual es mayor que la que se consigue con la ruta C. En esta última sólo predominan bandas de deslizamiento en una sola dirección (55-60°), lo que inhibe en mayor medida el flujo plástico.

4.2.3. MICRODUREZA DE LAS MUESTRAS RECOCIDAS

El tratamiento térmico de recocido consistió en calentar las muestras a una temperatura de 600 °C durante una hora, tras el cual se realizó un enfriamiento rápido en agua ("quenching"). Durante el tratamiento las muestras estaban encapsuladas en una ampolla de cuarzo cerrada en vacío, a fin de evitar que éstas se oxidaran. El objetivo del tratamiento era el de disminuir la concentración de precipitados, pues éstos tenderían a disolverse a 600 °C. El enfriamiento rápido congela la microestructura alcanzada a 600 °C.

Se efectuó el tratamiento térmico a una muestra "as received" y a una muestra que había sido sometida a un proceso ECAP consistente en cuatro pasadas siguiendo la ruta BC. Los valores de la microdureza de los ensayos Vickers se presentan en la tabla 4.4.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

	MUESTRAS RECOCIDAS			
	PROCESADAS ECAP		AS RECEIVED	
Medición	dm (micras)	Dureza Vickers	dm (micras)	Dureza Vickers
p1	97,850	58,091	100,200	55,398
p2	98,800	56,979	101,850	53,618
p3	99,250	56,464	100,250	55,343
p4	97,800	58,150	102,400	53,043
p5	99,500	56,180	102,200	53,251
p6	99,600	56,068	101,250	54,255
p7	99,400	56,293	99,350	56,350
p8	99,800	55,843	101,100	54,416
p9	99,400	56,293	101,600	53,882
p10	99,400	56,293	100,200	55,398
p11	99,150	56,578	99,250	56,464
p12	98,100	57,795	100,400	55,178
p13	99,250	56,464	100,000	55,620
p14	97,900	58,032	99,950	55,676
p15	99,200	56,521	100,400	55,178
p16	99,750	55,899	99,850	55,787
p17	99,600	56,068	100,400	55,178
p18	99,450	56,237	99,650	56,011
p19	99,800	55,843	101,600	53,882
p20	99,850	55,787	100,800	54,741
MEDIA	99,143	56,594	100,635	54,933

Tabla 4.4: Microdureza Vickers tras el tratamiento de recocido.

Los valores medios de la microdureza son:

- “As received recocida”: 55 ± 1 HV
- ECAP 4N BC: $56,6 \pm 0,8$ HV

En ambas muestras la dureza se ha reducido dramáticamente con respecto a sus valores iniciales, un 67% para la muestra “as received” recocida y de un 71% para la muestra procesada por ECAP.

En la muestra “as received”, la reducción se debe a la disminución del número de precipitados. En la muestra sometida a ECAP, la reducción se debe a que se han eliminado una gran parte de las tensiones internas introducidas durante el ECAP [47,48] y también a la reducción del número de precipitados. En ambos casos el material es mucho más dúctil.

Las etapas por las que han pasado las muestras durante el tratamiento de recocido son las siguientes [45,48]:



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

- Recuperación: Por difusión atómica se libera parte de la energía contenida en la estructura cristalina de nuestro material, y que ha sido introducida durante la deformación del mismo. En la muestra *as received* las deformaciones se han introducido durante el proceso de fabricación. En la otra muestra debemos añadir la deformación plástica introducida durante el proceso ECAP. La alta temperatura del tratamiento térmico hace que, algunas de las dislocaciones entrelazadas se muevan, y su configuración cambie, disminuyendo así la energía almacenada. A pesar de que se libera parte de la energía almacenada, la teoría afirma que el número de dislocaciones no se reduce significativamente [45,48].

- Recristalización: A pesar de la recuperación anterior, los granos de la estructura cristalina deformada siguen manteniendo altas energías de deformación. De forma general, se puede afirmar que la recristalización de los metales ocurre a una temperatura entre un tercio y la mitad de la temperatura de fusión [45,48].

Al aumentar la temperatura por encima de aproximadamente un 40% de la temperatura de fusión (la temperatura de fusión del cobre puro es de 1080 °C) del material, empiezan a formarse granos libres de deformación (con baja densidad de dislocaciones y por lo tanto más blandos). Estos granos crecen hasta remplazar a los granos deformados [45]. Cuanto mayor sea el tiempo al que se mantenga el material a dicha temperatura, mayor será el grado de recristalización, y por tanto mayor la recuperación de las propiedades originales de la aleación. Las muestras de CuCrZr se vuelven más dúctiles y blandas.

En general, el tiempo necesario de cristalización depende de la pureza del metal y de la cantidad de deformación o porcentaje de trabajo en frío aplicado sobre el material. Los metales puros necesitan menor tiempo que las aleaciones y, cuanto mayor sea la cantidad de deformación, mayor es el tiempo de recristalización [45,48]. Por esta razón, a pesar de que ambas muestras se ablandan, la muestra de CuCrZr que ha sido procesada mediante ECAP sigue siendo más dura que la *as received*, pues ha sufrido una mayor cantidad de deformación previa al recocido.

- Crecimiento del grano: Una vez que la recristalización en nuestra aleación tiene lugar, el nuevo grano (libre de deformación) continúa creciendo si la temperatura se mantiene elevada. Durante el crecimiento de los granos el área total de las fronteras de grano disminuye y por tanto la energía almacenada en el material también [45,48]. Asimismo, disminuye el número de



obstáculos que entorpecen el movimiento de las dislocaciones , por lo que para originar su movimiento se necesitan unos valores de tensión más pequeños.

4.3. MÓDULO DE ELASTICIDAD

Se ha estudiado el módulo elástico del material para las muestras “as received” y procesadas mediante ECAP. Se ha seguido el procedimiento explicado en el apartado 3.7, el cual sigue la norma E 1876 - 99.

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 5, donde:

- Cara 1: Plano de flujo, cara superior.
- Cara 2: Plano longitudinal, cara izquierda de la muestra (siguiendo su avance) según sale del canal. Para la muestra “as received” (AR) sería la cara izquierda según introduciríamos la muestra en el canal.
- Cara 3: Plano de flujo, cara inferior.
- Cara 4: Plano longitudinal, cara derecha de la muestra (siguiendo su avance) según sale del canal. Para la muestra “as received” (AR) sería la cara derecha según introduciríamos la muestra en el canal.

YOUNG (E)	AR	1 PASADA	BC 4N	C 4N
Cara 1	114	133	119	117
Cara 2	113	125	113	113
Cara 3	115	133	119	117
Cara 4	113	124	113	113
CIZALLADURA (G)	AR	1 PASADA	BC 4N	C 4N
Cara 1	45	52	47	45
Cara 2	44	48	44	44
Cara 3	45	51	46	45
Cara 4	44	49	45	44
POISSON	AR	1 PASADA	BC 4N	C 4N
Cara 1	0,276	0,280	0,278	0,300
Cara 2	0,279	0,295	0,273	0,275
Cara 3	0,282	0,301	0,292	0,308
Cara 4	0,276	0,262	0,272	0,277

Tabla 4.5: Módulo elástico longitudinal y transversal, y coeficiente de Poisson



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

Como podemos ver en la tabla anterior, el módulo elástico del material no sufre grandes variaciones cuando es procesado. Esto se explica porque el módulo elástico es una propiedad que depende del material, de su tipo de enlace y de su composición. El módulo de Young no depende de la microestructura.

Lo que si puede originar cambios en el módulo elástico de CuCrZr son variaciones en la composición. El mayor incremento del módulo elástico se observa en la muestra 1, que se ha procesado en una sola pasada. Este incremento podría ser causado por una segregación de precipitados tras esta primera y única deformación. También observamos que, es en esta misma muestra donde hay una mayor variación entre los planos de flujo y plano longitudinal. Esta diferencia puede deberse a una anisotropía mayor en esta muestra que en las que se han sometido a un mayor número de pasadas. El uso de la técnica EBSD (Electron Backscatter Diffraction) sería muy útil para valorar la desorientación de los granos.

Un incremento del módulo elástico significa que el material se vuelve más rígido de deformar elásticamente. La falta de uniformidad en la muestra 1 (AR), podría ser entonces lo que explicara el ligero incremento los módulos elásticos longitudinal y transversal de la misma. A mayor número de pasadas, conseguimos una mayor uniformidad [52,53], y por ello obtenemos valores casi idénticos para las muestras procesadas en cuatro pasadas que para las no procesadas, y una mayor rigidez tensional y torsional en la que sólo se somete a una pasada.

CAP 5: CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

En este proyecto se ha estudiado la variación de la microestructura y propiedades mecánicas de dureza y módulo elástico de la aleación CuCrZr al ser procesada mediante ECAP con el fin de inducir una mejora en dichas propiedades.

Del dicho estudio se han obtenido las conclusiones que se acompañan de recomendaciones al respecto a continuación:

- 1) La presencia de maclas en las muestras “as received” es debida al proceso de fabricación (extrusión) del material. Durante la deformación mediante ECAP de las barras de material, estas maclas crecen, se deforman y se desarrollan otras nuevas a causa de las nuevas dislocaciones inducidas por el plano de cizalla que actúa sobre la muestra a su paso por la curvatura del canal. Sería interesante realizar un tratamiento térmico a las muestras “as received” previo al procesado mediante ECAP para evaluar con precisión cuántas de estas



maclas se generan durante el procesado.

2) En nuestra aleación se distinguen tres tipos de precipitados: precipitados de Cr, CrZr, y Zr. Estos tres tipos de precipitados están presentes en todas las muestras (procesadas o no), y mantienen un tamaño y distribución uniforme. Concluimos por tanto que los esfuerzos generados sobre la muestra tras extruirla la matriz de 120° a 400°C no son suficientes para fracturarlos, multiplicando así su presencia y reduciendo su tamaño (con la esperada mejora en las propiedades mecánicas que conllevaría). Recomendaríamos extruir la muestra en una matriz con menor ángulo de canal y a menor temperatura para inducir así una deformación mayor a cada pasada que sea capaz de fracturarlos.

3) Debido a las condiciones del ensayo, y falta de disponibilidad de herramientas más precisas para su medición, no podemos afirmar que el tamaño de grano del material haya sufrido un refinamiento importante. Aun así, Se observa la presencia de abundantes granos submicrométricos que se forman en las bandas de deslizamiento que se forman tras 4 pasadas de las barras siguiendo la ruta BC y C. Aconsejaríamos utilizar técnicas de cálculo del tamaño de grano más precisos como la basada en EBSD. Del mismo modo que aconsejábamos en el punto anterior, sería interesante realizar el mismo proceso de ECAP con una matriz de menor ángulo de canal (90°) y a menor temperatura.

4) Una sola pasada de la muestra “as received” por ECAP incrementa ya un 8% (de 165HV a 178HV) su dureza. Al incrementar el número de pasadas a cuatro, conseguimos aumentar la dureza media de la aleación hasta un 15 (191HV) y un 18% (195HV) para las rutas C y BC respectivamente (comparándolo con las muestras “as received”). Aconsejaríamos experimentar con un mayor número de pasadas para determinar el punto en el que la muestra se satura y no conseguimos mejorar sus propiedades a pesar de incrementar el número de pasadas.

5) Con el mismo número de pasadas, la ruta BC consigue un mayor endurecimiento debido a que, por la rotación de la muestra, actúan dos planos de cizalla (y no uno sólo como ocurre en C) diferentes sobre el material, produciendo una mayor cantidad de dislocaciones e interacción entre las bandas de deslizamiento. En una investigación más amplia podría ensayarse con la ruta BA, para evaluar cuál de las tres consigue una dureza mayor.



CORRELACIÓN ENTRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y LA MICROESTRUCTURA DE CuCrZr PROCESADO MEDIANTE ECAP

6) El endurecimiento del material viene principalmente dado por la distorsión de la estructura cristalina que producen las dislocaciones que se forman al deformarlo. Sería aconsejable aumentar la exigencia del ensayo para ver el efecto en las propiedades del efecto conjunto de las dislocaciones más el refinamiento del grano

7) El procesado por ECAP no produce una variación significativa del módulo elástico del material dado que este depende de sus propiedades (naturaleza del enlace y composición). Aun así, señalamos que se ha observado un ligero aumento del módulo elástico en la muestra procesada una sola pasada. Esto probablemente se debe a la segregación de alguno de sus precipitados durante el proceso de deformación.

8) El tratamiento de recocido a 600°C durante 1h no consigue disolver los precipitados. Debería ensayarse a temperaturas mayores donde los precipitados tendrán una solubilidad mayor.

9) Los valores de la dureza del material caen por debajo de 60HV tras el recocido (más de un 60% respecto a las muestras as received y procesadas mediante ECAP). Esto se debe a la recuperación y recristalización que tiene lugar en el material durante el tratamiento térmico, pues se da la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de dislocaciones y por tanto más blandos y dúctiles. Sería interesante realizar este tratamiento térmico sobre las muestras “as received” antes de procesarlas mediante ECAP para que pueda valorarse el efecto real de la deformación producida por este método SPD en la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación, ya que en este caso partíamos de unas muestras en las que existían ya signos de deformación acumulados durante su fabricación.



BIBLIOGRAFIA:

- [1] El Banco Mundial. (2013). *Consumo de energía procedente de combustibles fósiles (% del total)*. Consultada 10 de junio de 2014. En <http://datos.bancomundial.org/indicador/EG.USE.COMM.FO.ZS/countries/1W-ES-CN-US?display=graph>.
- [2] United Nations: Department of Economic and Social Affairs, Population Division, Population Estimates and Projections Section. (2014). *Probabilistic Population Projections based on the World Population Prospects: The 2012 Revision*. Consultada el 10 de junio de 2014. En http://esa.un.org/unpd/ppp/Data-Output/UN_PPP2012_output-data.htm.
- [3] ITER Organization. (2014). *The Science*. Consultada el 12 de junio de 2014. En: <http://www.iter.org/sci>.
- [4] Foro Nuclear: Foro de la Industria Nuclear en España. (2013). *La Fusión Nuclear*. Consultada el 12 de junio de 2014. En: <http://www.foronuclear.org/consultas-es/consultas-al-experto/la-fusion-nuclear>.
- [5] Energía-nuclear. (2014). *Qué es la Energía nuclear: Fusión Nuclear*. Consultada 12 de junio de 2014. En: <http://energia-nuclear.net/como funciona/fusion nuclear.html>.
- [6] ITER Organization. (2014). *The international ITER Project for fusión: Why?*. Consultada el 12 de junio de 2014. En : <http://www.iter.org/proj/itermission>.
- [7] ITER Organization. (2014). *The machine*. Consultada el 12 de junio de 2014. En : <http://www.iter.org/mach>.
- [8] Yong Park J, Guen Hong B y otros (Korea Atomic Energy Research Institute). (2008). *Effect of cooling rate on mechanical properties of aged ITER-grade CuCrZr*. Fusion Engineering and Design 83 (2008) 1503-1507.
- [9] Yong Park J, Guen Hong B y otros (Korea Atomic Energy Research Institute). (2010). *Investigation on the microstructure and mechanical properties of CuCrZr after manufacturing thermal cycle for plasma facing components*. Journal of Nuclear Materials 417 (2011) 916-919.
- [10] Yong Park J, Wong Lee D y otros (Korea Atomic Energy Research Institute). (2009). *Fabrication of Be/CuCrZr/SS mock-ups for ITER first wall*. Fusion Engineering and Design 84 (2009) 1468–1471.
- [11] Li M, Sakolov MA, Zinkle SJ. (2009). *Tensile and fracture toughness properties of neutron-irradiated CuCrZr*. Journal of Nuclear Materials 393 (2009) 36–46.



- [12] Valiev RZ, Langdon TG. (2006). *Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement*. Progress in Materials Science 51 (2006) 881–981
- [13] Muñoz-Morris MA, Valdés León K, Caballero FG and Morris DG (Department of Physical Metallurgy, CENIM-CSIC). (2012). *A study of changes taking place in Cu–Cr–Zr alloy during severe plastic deformation and annealing as evaluated by thermoelectric power measurements*. Scripta Materialia 67 (2012) 806–809
- [14] Rodríguez Baracaldo R, Benito Páramo JA, Cabrera Marrero JM. (2007). *Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos*. Ing. Investig. vol.27 no.1 Bogotá Jan./Apr. 2007
- [15] Instituto Tecnológico Metalmecánico, Observatorio Tecnológico del Metal. (2009). *Introducción a la Deformación Plástica Severa*. Consultado el 28 de julio de 2014. En http://www.aimme.es/archivosbd/observatorio_oportunidades/aproximacion_deformacion_plastica_severa_spd.pdf.
- [16] Rodolfo Rodríguez Baracaldo, Josep Antonio Benito Páramo, José María Cabrera Marrero (Universidad Nacional de Colombia). (2007). *Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos*. Ingeniería e Investigación, vol. 27, núm. 1, abril, 2007, pp. 101-105.
- [17] Zhu QF y otros. (2013). *Structure uniformity and limits of grain refinement of high purity aluminum*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 24(2014) 1301–1306
- during multi-directional forging process at room temperature
- [18] Milner JL y otros. (2013). *Modeling tensile strength of materials processed by accumulative roll bonding*. Journal of Manufacturing Processes 15 (2013) 219–226
- [19] Juan María García de la Infanta Belío. 2009. *Efecto del Procesado por Extrusión en Canal Angular Constante (ECAP) en la Microestructura y las Propiedades Mecánicas de Dos Aleaciones de Aluminio: Al 7075 y Al-7%Si*. ISBN: 978-84-669-3206-6. Tesis Doctoral Universidad Complutense de Madrid. En <http://eprints.ucm.es/8379/1/T30628.pdf>.
- [20] Furuno K, Akamatsu H, Oh-ishi K, Furukawa M, Horita Z, Langdon TG. Acta Mater 2004;52:2497.
- [21] Xu C, Langdon TG. In: Jin Z, Beaudoin A, Bieler TA, Radhakrishnan B, editors. Hot deformation of aluminum alloys III. Warrendale (PA): The Minerals, Metals and Materials Society; 2003. p. 373.
- [22] Shan A, Moon IG, Park JW. J Mater Proc Tech 2002;122:255.
- [23] Horita Z, Furukawa M, Nemoto M, Langdon TG. Mater Sci Tech 2000;16:1239.



- [24] Berbon PB, Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Metall Mater Trans 1999;30A:1989
- [25] Yamaguchi D, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Scripta Mater 1999;41:791.
- [26] Kim IY, Kim JY, Shin DH, Park JT. Metall Mater Trans 2003;34A:1555.
- [27] Malek P, Cieslar M, Islamgaliev PK. (2004). *The influence of ECAP temperature on the stability of Al–Zn–Mg–Cu alloy*. Journal of Alloys and Compounds 378 (2004) 237–241
- [28] Huang CX (Chinese Academy of Science). (2007). *Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAP*. Materials Science and Engineering A 485 (2008) 643–650.
- [29] Valiev RZ, Alexandrov IV, Lowe TC, Zhu YT. J Mater Res 2002;17:5.
- [30] Krasilnikov NA. Russian Metall 2005;2005 (3):35.
- [31] Dvorak J. (2013). *The effect of high hydrostatic pressure on creep behavior of pure Al and a Cu–0.2 wt%Zr alloy processed by equal-channel angular pressing*. Materials Science&EngineeringA584(2013)103–113.
- [32] Omega Engineering (2014). *Termopares, sondas y sensores de termopar*. Consultada el 12 de julio de 2014 en <http://es.omega.com/prodinfo/termopares.html>
- [33] HowStuffWorks, a division of InfoSpace LLC. (2014). *How Scanning Electron Microscopes Work* . Consultada el 16 de Julio de 2014 en <http://science.howstuffworks.com/scanning-electron-microscope2.htm> .
- [34] Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, CSIC. (2014). *Principios generales de la Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron Microscope, SEM)*. Consultada el 16 de julio de 2014 en <http://www.icmm.csic.es/divulgacion/posters/TEC-Microscopia%20Electronica%20de%20Barrido.pdf>
- [35] Susan Swapp, University of Wyoming. (2013). *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Consultada el 16 de Julio de 2014 en http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html .
- [36] Jim Schweitzer, Purdue University.(2014). *Scanning Electron Microscope*. Consultada el 16 de julio de 2014 en <http://www.purdue.edu/ehps/rem/rs/sem.htm> .



- [37] NanoScience Instruments. (2014). *Scanning Electron Microscopy*. Consultada el 16 de julio de 2014 en <http://www.nanoscience.com/products/sem/technology-overview/>.
- [38] Australian Microscopy & Microanalysis Research Facility. (2013). *Electron-matter interactions*. Consultada el 16 de Julio de 2014 en <http://www.ammrf.org.au/myscope/sem/background/concepts/interactions.php>.
- [39] Gabriel Calle y Edison Henao, Universidad Tecnológica de Pereira. (2012). *Dureza Vickers*. Consultada el 19 de julio de 2014 en <http://www.utp.edu.co/~gcalle/DUREZAVICKERS.pdf>.
- [40] Benavente R, CSIC. (2011). *Microdureza y nanoindentación*. Consultada el 19 de julio de 2014 en <http://www2.ictp.csic.es/qf/ppcontrol/bibliografia/D22-MH-2011.pdf>
- [41] GrindoSonic. (2009). *Technology*. Consultada el 22 de julio de 2014 en <http://www.grindosonic.com/en/technology/index.htm>.
- [42] Martín Gago JA, CSIC. (2009). *La Microscopía para el Estudio de Materiales y Láminas Delgadas*. Consultada el 23 de julio de 2014 en http://www.icmm.csic.es/grupos/wp-content/uploads/2009/02/gago_cap19.pdf.
- [43] Vinogradov A. y otros. (2001). *Structure and properties of ultra-fine grain Cu–Cr–Zr alloy produced by equal-channel angular pressing*. Acta Materialia 50 (2002) 1639–1651.
- [44] Universidad Politécnica de Valencia. (2010). *Maclas de formación*. Consultada el 3 de agosto de 2014 en http://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm04/pfcm4_3_11.html
- [45] Universidad Centroamericana José Simeón Cañas. (2011). *Endurecimiento por deformación plástica en frío. Recuperación, recristalización y crecimiento del grano*. Consultada el 7 de agosto de 2014 en <http://www.uca.edu.sv/facultad/clases/ing/m210031/Tema%2011.pdf>
- [46] Universidad Centroamericana José Simeón Cañas. (2011). *Defectos en las estructuras cristalinas*. Consultada el 7 de agosto de 2014 en <http://www.uca.edu.sv/facultad/clases/ing/m210031/Tema%2003.pdf>
- [47] Universidad de Navarra. (2012). *Capítulo 5 Dislocaciones y mecanismos de endurecimiento*. Consultada el 9 de agosto de 2014 en http://www.unav.es/adi/UserFiles/File/2000000735/5_dislocaciones.pdf
- [48] Callister WD Jr. (2009). Capítulo 7: Dislocaciones y mecanismos de endurecimiento. En Callister WD Jr *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de Materiales*. (pp 157-192). Barcelona (España). Editorial Reverté S.A.



- [49] Askeland DR. (1998). *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Madrid. International Thompson Editores.
- [50] Numakura H., Hasegawa K., Koiwa M. *Pseudoelastic and anelastic effects due to the motion of twin boundaries in copper-based alloys*. DOI: 10.1016/0956-7151(92)90437-J.
- [51] Doghmane M. (2006). *Approaches for evaluating Young's and shear moduli in terms of a single SAW velocity via the SAM technique*. Materials Letters 61 (2007) 813–816.
- [52] Ding R., Guo C., Guo S. (2013). *Assessment of anisotropic tensile strength using a modified shear punch test for Cu–Cr–Zr alloy processed by severe plastic deformation*. Materials Science & Engineering A 587 (2013) 320–327.
- [53] Blum, W. y otros. (2014). *Effect of grain refinement by ECAP on creep of pure Cu*. Materials Science & Engineering A 590 (2014) 423–432.
- [54] Li M. and Zinkle S.J. (2012) Physical and Mechanical Properties of Copper and Copper Alloys. En: Konings R.J.M., (ed.) *Comprehensive Nuclear Materials, volume 4*, pp. 667-690. Amsterdam: Elsevier